FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

143. BAND

SECHSTES (SCHLUSS-) HEFT

MIT 10 ABBILDUNGEN IM TEXT

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1954

Z.anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie.

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*.
Bis Band 58 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 58.—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32.— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.
Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.
Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 40535

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 24
Fernsprecher 2440
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

Vertriebsvertretung im Ausland:
Lange, Maxwell & Springer Ltd., 242 Marylebone Road, London N. W. 1

Band 143 **Inhaltsverzeichnis.** **(Schluß-) Heft 6**

Originalabhandlungen.

Seite

Freytag, H., Beobachtungen über den Nachweis von HS-Gruppen 401

Wolf, S., Zur Analytik des pp'-Dichlordiphenyltrichloräthans (DDT). Mit 1 Textabbildung 415

Kőszegi, D., und **É. Salgó**, Über ein Verfahren zur maßanalytischen Bestimmung von Ammoniak mit 0,1 n Kaliumbromatlösung. Mit 1 Textabbildung 423

Specker, H., H. Hartkamp und **M. Kuchtner**, Photometrische Bestimmung des Mangans mit Dithiocarbaminaten. Mit 3 Textabbildungen 425

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Warenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem Forschungslaboratorium der Ondal GmbH., Hünfeld/Hessen
(Leiter: Dipl.-Ing., Dr. techn. Hans Freytag).

Beobachtungen über den Nachweis von HS-Gruppen.

Von
Hans Freytag.

(Eingegangen am 4. August 1954.)

In dieser Arbeit soll über Erfahrungen mit einigen weiteren Reaktionen von HS-Verbindungen in Fortsetzung und Ergänzung früherer Untersuchungen[11] berichtet werden. Die Versuche erstrecken sich im wesentlichen auf Cystein, Cystin und Thioglykolsäure und, im Hinblick auf die histochemische Verwertbarkeit, auf das menschliche Haar. Je nach dem Verfahren wurden einmal Tüpfelnachweise auf Papier, in anderen Fällen Reagensglasnachweise bevorzugt. Die Verwendung von Filtrierpapier als Träger aufgebrachter HS-haltiger Verbindungen kann natürlich nur in gröbster Annäherung als Modell für den histochemischen Nachweis z. B. in Haaren dienen, denn das, was histochemische Nachweise weit empfindlicher als die üblichen macht, nämlich die Lokalisierung der Reaktion auf kleinsten Raum, der gerade noch visuell (mit Hilfsmitteln) beobachtbar ist[19], läßt sich auf dem Papier nur angenähert verwirklichen, vom Unterschied zwischen den Grundsubstanzen Cellulose und Protein (Keratin) gänzlich abgesehen.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit kamen folgende Verfahren bzw. Reagenzien zur Anwendung:

1. Die histochemische Methode von M. Chèvremont und J. Frédéric[3], die auf der Bildung von Berliner oder Preußisch Blau und seiner Deponierung am Reaktionsort beruht. Reagens ist Eisen (III)-hexacyanoferrat(III), das auf diese Weise die HS-haltigen Bezirke blau färbt. Die Reaktion bedient sich des Reduktionsvermögens der HS-Verbindungen und wird daher von Wasserstoffperoxyd[18] und von Sulfit auch gegeben. Einhaltung gewisser Bedingungen (p_H und Konzentration) sowie die Art des Untersuchungsgegenstandes schließen manche reduzierende Verbindungen aus. Die Autoren untersuchten mit dieser Methode u. a. die Keratinisierung der Haut und des Haares, wodurch die Methode besonders interessant erscheint.

2. Das von M. Cohn[4] zum Wasserstoffperoxydnachweis benutzte Kupfer(II)-hexacyanoferrat(III), das durch Reduktion braunviolettes Kupfer(II)-hexacyanoferrat(II) liefert.

3. Das 2,3,5-Triphenyltetrazoliumchlorid*, das unter Reduktion das entsprechende, rote, wasserunlösliche Formazan bildet. Es ist zur Prüfung der Keimfähigkeit von Samen im Gebrauch und wurde vor kurzem zur Feststellung des Reduktionsvermögens von Salbengrundlagen verwendet, wobei die Strahlungsempfindlichkeit der Verbindung verwertet wurde[27, 8]. Die Reduktionsgeschwindigkeit (in lebenden Zellen) nimmt mit steigendem p_H-Wert zu, durch starke Beleuchtung tritt Reduktion von Tetrazoliumsalz zu Formazan auf[22]. Cystein und Glutathion reduzieren nach R. Kuhn und D. Jerchel[17] erst in alkalischen Lösungen oberhalb p_H 9. R. A. Fairbridge, K. J. Willis und R. G. Booth[5] ermittelten durch Photometrie des gelösten Formazans reduzierende Zucker, Cystein und Ascorbinsäure. Eine Berücksichtigung ihrer Befunde ist für die Benutzung dieser Reaktion sehr wichtig.

4. Die von R. Fleming[10] angegebene spezifische und empfindliche Reaktion auf Cystein mit Dimethyl-p-phenylendiamin und Eisen(III)-chlorid. Es sollen 50 μg (1 : 20000) durch Blaufärbung nachweisbar sein. Weder Cystin, noch Thioglykolsäure, Thiomilchsäure und Glutathion sollen ansprechen. Die bekannte Methylenblaureaktion[6, 7, 9, 20] unterscheidet sich von der Flemingschen Reaktion dadurch, daß in stark saurer Lösung gearbeitet wird. Die von H. Toyoda[26] mitgeteilte Mikromethode zur Bestimmung von HS- und Disulfidverbindungen beruht auf der Methylenblaureaktion. Es wäre von hohem Interesse, festzustellen, inwieweit vorerwähnte Verbindungen die gleiche Reaktion geben wie Schwefelwasserstoff, und ob als letzte Ursache eine Schwefelwasserstoffabspaltung im konstanten Verhältnis zur zu bestimmenden Verbindung in Betracht zu ziehen ist.

5. Die von K. Nakamura und F. Binkley[21] zur colorimetrischen Bestimmung von Cystein benutzte neue Farbreaktion mit Brucin und Kaliumpersulfat.

Versuchsteil.

1. Reagenzien: Cysteinhydrochlorid (Chem. Produktion Bayreuth); l-Cystin (E. Merck); Thioglykolsäure, synthetisiert und frisch vor den Versuchen im Vakuum destilliert; 2,4,5-Triphenyltetrazoliumchlorid (E. Merck); Dimethyl-p-phenylendiaminhydrochlorid (E. Merck); Brucinsulfat (C. H. Boehringer Sohn AG., Nieder-Ingelheim a. Rh.); Wasserstoffperoxyd, 30%ig, p. a. (E. Merck); Natriumhydrogensulfit und Natriumsulfit (Riedel-de Haën); Eisen(III)-chlorid (p. a.) und Kaliumhexacyanoferrat(III) (E. Merck); Kaliumpersulfat (E. Merck); Kupfersulfat p. a. (E. Merck); Natriumacetat (E. Merck); Glykokoll (E. Merck).

2. *Tüpfelpapier.* Schleicher & Schüll Nr. 601.

3. *Analysenquarzlampe* (Original Hanau) als Bestrahlungsquelle.

* Nach Beendigung dieser Arbeit erhielt ich Kenntnis von einer Abhandlung von G. E. Rogers[23]. Der Autor untersuchte die Einwirkung von verschiedenen Tetrazoliumsalzen u. a. auf Haarfollikel, Cystein, Glutathion und reduzierte Wolle. Seine Ergebnisse sollen später in anderem Zusammenhang berücksichtigt werden.

4. *Zum Tüpfeln* dienten selbstgefertigte Tropfpipetten, deren Tropfengrößen ermittelt worden waren.

5. *Reagens nach* Chèvremont *und* Frédéric[3]. 1 Vol.-T. einer frischen 0,1%igen wäßrigen Lösung von Kaliumhexacyanoferrat(III) wurde vor Gebrauch mit 3 Vol.-T. einer frischen 1%igen Eisen(III)-ammoniumsulfatlösung vermischt, darin abweichend von der Angabe der zitierten Autoren, um die Menge Eisen(III)-Ionen geringer zu halten. Diese Lösung von p_H 2,7—2,8 (gegen 2,4 bei Chèvremont und Frédéric) ist etwa 1 Std im Dunkeln haltbar, weshalb man zur Durchführung einer Reaktion die Anteile stets neu mischt.

6. *Reagens nach* Cohn[4]. 21 ml 0,1 m Kupfersulfatlösung wurden mit 6 ml 0,1 m Kaliumhexacyanoferrat(III)-lösung vermischt und mit 6 ml 15%iger Natriumacetatlösung versetzt. Die Aufschwemmung des entstandenen dicken, graugrünen Niederschlags wurde mit 30 ml Wasser verdünnt. Das Reagens ist im Dunkeln recht haltbar. Vor Gebrauch ist es umzuschütteln.

7. *2,3,5-Triphenyltetrazoliumchlorid-Reagens.* Die Lösungen von 0,4 oder 0,5 g in 100 ml Natronlauge verschiedener Normalität wurden frisch bereitet. Konzentrationsunterschiede blieben praktisch einflußlos.

8. *Reaktion nach* Fleming[10] *sowie nach* Toyoda[26]. Im ersten Falle wurde 1 ml der zu prüfenden Lösung mit verschiedenen Mengen einer Lösung von 0,2 g p-Dimethylphenylendiaminhydrochlorid (Reagens A) in 100 ml Wasser versetzt und dann entsprechende Mengen einer Lösung von 5 g Eisen(III)-chloridhexahydrat in 100 ml Wasser (Reagens B) zugefügt. In Gegenwart von Cystein entsteht nach dem Erhitzen zum Sieden Blaufärbung.

Der (mit Zinkstaub reduzierten Cystinlösung oder) Cystein enthaltenden Lösung (im allgemeinen zumeist 1 ml) wurden im zweiten Falle verschiedene Mengen folgender Reagenslösungen, hergestellt nach den Angaben des Autors, zugefügt: eine Lösung von 0,5 g Dimethyl-p-phenylendiaminhydrochlorid in 50 ml konzentrierter Schwefelsäure auf 1 Liter mit Wasser aufgefüllt (Reagens C), und eine Lösung von 25 g Ammoniumeisenalaun, aber mit 10 ml konzentrierter Schwefelsäure, da die angegebenen 5 ml nicht zur völligen Beseitigung der Trübung ausreichten, auf 200 ml mit Wasser verdünnt (Reagens D). Das Auftreten der Blaufärbung wurde bis zu 3 Tage lang beobachtet.

Die Dimethyl-p-phenylendiaminhydrochloridlösung nach Fleming nimmt gleich nach Herstellung eine rötliche Färbung an, die sich im Licht vertieft. Ein Einfluß auf die Reaktion konnte nicht beobachtet werden. Es genügt, dieses Reagens alle 2 Tage frisch zu bereiten. Das stark saure Reagens nach Toyoda bleibt hingegen farblos.

9. *Reaktion nach* Nakamura und Binkley[21]. 5 ml Prüflösung wurden mit 2,5 ml 50%iger Schwefelsäure, 10 ml einer 1%igen Brucinlösung in 5%iger Schwefelsäure, 2,5 ml 10%iger Glykokollösung und 2,5 ml 1%iger Kaliumpersulfatlösung versetzt. In Cysteingegenwart beobachtet man Blaufärbung. Cystinlösungen in 0,1 n Salzsäure wurden zunächst mit 100 mg Zink reduziert.

10. *Frauenhaare* gleicher Herkunft wurden durch je 1stündiges Einlegen in Äthanol, Petroläther und Äther gereinigt, dann an der Luft bei Raumtemperatur unter Absaugen vom Äther befreit und im Exsiccator bei etwa 55% Luftfeuchtigkeit aufbewahrt. Auf diese Weise wird die Vorgeschichte der Haare in gewissem Ausmaße genormt. Die Vorbehandlung erstreckte sich auf mehrstündige oder mehrtägige (bis zu 3 Tagen) Einwirkung 10%iger Wasserstoffperoxydlösung (Bleichen) ohne Zusatz von Alkali, auf die Wirkung von Natronlauge mit nachfolgendem Behandeln mit Säure gleicher Normalität und anschließender Wässerung, Trocknung im Föhnluftstrom und Aufbewahrung im Exsiccator bei 55% Luftfeuchtigkeit. Da Wasserstoffperoxyd, wie ich vor längerer Zeit zeigen konnte[12], vom Haar sehr

hartnäckig festgehalten wird — wobei über die Art dieser „Bindung" oder „Aufnahme" nichts Näheres ausgesagt werden kann —, wurden die betreffenden Haarproben nach dem Abdruckverfahren mit Bleisulfidpapier geprüft und nur bei negativem Ausfall des Nachweises verwendet. Die Reagenslösungen befanden sich im Reagensglas, die Haarproben wurden eingelegt. Das Verhältnis Reagenslösungsvolumen zu Haarmenge wurde stets angenähert gleich gehalten.

Querschnitte von Haaren von 15 μ Dicke wurden in üblicher Weise durch Einbetten in Paraffin hergestellt und mikroskopisch untersucht.

Diskussion der Ergebnisse.

I. Die Berlinerblaubildung nach Chèvremont und Frédéric kann unter den von (Geweben und) Haaren gebotenen einschränkenden Bedingungen und beim p_H-Wert des Reagenses bevorzugt HS-Gruppen anzeigen. Um einen Begriff von der Empfindlichkeit der Reaktion zu bekommen, wurde Cystein, Thioglykolat und Sulfit sowie Wasserstoffperoxyd zunächst im Tüpfelversuch geprüft. Cystin gibt, wie erwartet, keine Reaktion. Wichtig für die Beurteilung des Auftretens einer positiven Reaktion ist die Blindprobe, da Blaufärbung auch durch das Filterpapier selbst (Oxycellulose) besonders am Licht, oder durch in der Laboratoriumsluft etwa vorhandene reduzierende Gase (SO_2, SH_2) hervorgerufen werden kann. Zur Blindprobe verwendet man einen gleich großen Tropfen destilliertes Wasser oder, falls die zu untersuchende Lösung noch andere Bestandteile aufweist, deren Lösung ohne die HS-Verbindung. Die Blaufärbung eines Thioglykolsäuretüpfels von Grenzkonzentration wird von der Blindprobe in der Regel erst in etwa 10 min erreicht. Etwa vorhandenes freies Ammoniak muß vor Ausführung der Reaktion neutralisiert werden, indem man das Papier zuerst mit entsprechend verdünnter Salzsäure betüpfelt.

Tüpfelt man das Papier zuerst mit dem Reagens und dann mit der Prüflösung, so erzielt man gegenüber der umgekehrten Reihenfolge eine beachtliche Empfindlichkeitssteigerung, wie nachstehende Übersicht veranschaulicht (Tab. 1). Liegen zu prüfende Haare vor, so spielen diese die Rolle der zuerst auf Papier aufgebrachten Prüflösung. Dann gilt aber der empfindlichkeitssteigernde Einfluß des Wirkraums der Reaktion (vgl. Lison[19]).

Tabelle 1.

Substanz	Zuerst Prüflösung		Zuerst Reagens	
	Erf.-Gr. in μg (1 Tr. = 0,015 ml)	Gr.-Konz.	Erf.-Gr. in μg (1 Tr. = 0,015 ml)	Gr.-Konz.
Thioglykolsäure . . .	0,3	1:52083	0,14	1:108577
Cysteinhydrochlorid . .	1	1:15000	0,5	1:30000
Natriumhydrogensulfit.	0,8	1:19531	0,53	1:29137
Wasserstoffperoxyd . .	15	1:1032	13	1:1176

II. Ungebleichtes Haar färbt sich nach insgesamt 3stündiger Einwirkung unter dreimaliger Erneuerung der Reagenslösung über die ganze Länge grünstichigblau. Im Querschnitt ist keine Färbung, außer an der der (Haar-)Cuticula zuzusprechenden *Peripherie*, zu erkennen. Außerdem ist das Haar keineswegs einheitlich, sondern *unregelmäßig* angefärbt. Zunächst könnte erwogen werden, die Anfärbung wäre durch die vom Reagens bewirkte Hydrolyse der Cystinbrücken bedingt. Jedoch reagiert Cystin selbst nicht mit dem sauren Reagens (nach A. Schöberl

und H. Eck[17] erfolgt die hydrolytische Aufspaltung der Disulfidbindung nur im alkalischen und neutralen Bereich). So könnte es sich um den Nachweis freier (beständiger) HS-Gruppen in der Cuticula handeln, denn normales Haar gibt die Feiglsche Jodazidprobe[7] *augenblicklich* und deutlich, woraus nach vergleichenden analytischen Befunden von W. Awe[19] zu schließen wäre, daß entweder HS-, > C=S oder —S—S-Gruppen vorliegen. Die letzten scheiden wegen der positiven Reaktion nach Chèvremont und Frédéric aus. *Gebleichtes* Haar verhält sich ebenso, was gegen diese Deutung und eher für andere reduzierende Substanzen zu sprechen scheint, wenn nicht angenommen wird, daß im Keratin entweder die HS-Gruppen der Cuticula gegen die Einwirkung von Wasserstoffperoxyd (sterisch) geschützt oder durch Oxydation neue und andere reduzierende Gruppen aufgetreten sind.

Es ist unzweckmäßig, mit dieser Reaktion ein mit Thioglykolat[15] oder Sulfit[25] behandeltes Keratin zu prüfen. Die Gefahr des mehrdeutigen Befundes ist zu groß. Hingegen zeigt der positive Ausfall der Reaktion eines mit Natronlauge vor-, dann mit Salzsäure gleicher Normalität nachbehandelten, vor allem gebleichten Haares in den Querschnitt hinein, daß die reduzierenden Gruppen *vermehrt* auftreten, eine Folge der laugebewirkten Hydrolyse der Cystinbrücken[24]. Das leichter quellbare gebleichte Haar[13] zeigt nach etwa 20 min langer Einwirkung von n Natronlauge, ebensolanger Neutralisierung mit n Salzsäure, Wässerung und 10 min langer Behandlung mit dem Reagens im Querschnitt teilweise, von der Peripherie her verschieden tief, auch punkt- oder inselförmige Blaufärbung. Das Haar ist trotz Säurenachbehandlung noch in gequollenem Zustand. n Ammoniumhydroxydlösung aber führt bei 30 min langer Einwirkung und 1stündiger Einwirkung des Reagenses selbst bei gebleichtem Haar lediglich zu oberflächlicher, peripherer Anfärbung, etwa wie dies bei ungebleichtem, mit n Natronlauge behandeltem Haar zu beobachten ist.

Der Versuch, gebleichtes von ungebleichtem Haar mit dem Reagens von Chèvremont und Frédéric nach vorangehender Behandlung mit n Natronlauge, Neutralisation mit n Salzsäure und Wässerung zu unterscheiden, führt zu keinem brauchbaren Resultat. Die Reaktion tritt in beiden Fällen rasch und praktisch in gleicher Stärke ein.

III. Die Nachprüfung des von Cohn angegebenen Wasserstoffperoxydnachweises zum Nachweis von Thioglykolsäure und Cystein (bzw. Sulfit) wurde auf Tüpfelpapier ausgeführt. Wesentlich für die Empfindlichkeit war, zuerst 0,04 ml Reagenslösung zu tüpfeln, auf die gleiche Stelle 0,04 ml Prüflösung zu setzen und 4 Tropfen Wasser zuzufügen. Auf diese Weise wird nämlich das sonst durch den Niederschlag des Reagenses verdeckt bleibende Reaktionsprodukt nach außen verdrängt und es bildet sich ein rotbraunvioletter Ring, der bei der entsprechenden Blindprobe nicht auftritt. Erfassungsgrenze für Thioglykolsäure 25 μg, Grenzkonzentration 1:10000. Für Cysteinhydrochlorid wurde etwa die gleiche Größenordnung gefunden. Sulfit, dessen Nachweis etwas unempfindlicher ist, stört. Der Wasserstoffperoxyd-

nachweis ist am empfindlichsten. Versuche an Haaren analog jenen mit dem Reagens von Chèvremont und Frédéric blieben ergebnislos.

IV. Während die Berlinerblaureaktion nahezu augenblicklich eintritt — beim Haar ist die beobachtete etwas längere Reaktionsdauer eine Folge des langsameren Eindringens der Reagenslösung in die Keratinsubstanz —, beansprucht die Tetrazoliumreaktion auch in Lösung vergleichsweise lange. In wäßriger Lösung erscheint eine sich immer mehr zum roten Niederschlag verdichtende Trübung, wenn Cystein, Cystin (Hydrolyse), Sulfit oder sogar Wasserstoffperoxyd vorhanden sind. Entgegen aller Erwartung ist diese Reaktion, die den Vorzug eines unlöslichen Reduktionsproduktes bietet, sehr unempfindlich. Hinzu kommt noch ihre Langsamkeit bei Raumtemperatur. Mit ausreichender Sicherheit konnte Formazan erst nach 4stündiger Einwirkungsdauer beobachtet werden. Die Ergebnisse sind Tab. 2 zu entnehmen. Es wurde stets 1 ml Prüflösung von Grenzkonzentration mit 1 ml Reagenslösung (0,4 g/100 ml n Natronlauge) vermischt und im Dunkeln 4 Std, d. h. bis zum Auftreten des roten Niederschlages, stehen gelassen. Natürlich kann auch mit geringeren Flüssigkeitsmengen gearbeitet werden.

Tabelle 2.

Substanz	Erfassungsgrenze µg/ml	Grenzkonzentration
Thioglykolsäure	920	1:1080
Cysteinhydrochlorid	3154	1: 317
Cystin	24030	1: 41,6
Na-hydrogensulfid	20800	1: 48,1
Wasserstoffperoxyd (nach 12 Std) .	54400	1: 18,4

Tüpfeln läßt sich mit dem Tetrazoliumreagens nicht, weil Cellulose ebenfalls Formazanbildung verursachen kann, abgesehen von der starken Herabsetzung der Empfindlichkeit.

Da die Laugenkonzentration ebenfalls die Empfindlichkeit beeinflußt — n Natronlauge erwies sich besonders günstig — (von höheren Konzentrationen wurde, wie weiter unten erläutert wird, abgesehen), wurde eine Lösung von 0,1 g Tetrazoliumsalz in 100 ml 0,2 n Natronlauge gewählt und dieser Lösungsmenge 0,1 g Cystein hinzugefügt. Bei Raumtemperatur (22° C) war noch nach 105 min kein Formazanniederschlag aufgetreten, während die gleiche Lösung bei 85—86° C nach 25 min Niederschlag aufwies. Die anfangs feine Formazansuspension bleibt lange genug bestehen, um roh photometriert zu werden (Colorimeter von Dr. B. Lange). Diese unter solchen Bedingungen sehr primitive Verfolgung der Formazanbildung gibt den Hinweis, daß sich durch Erwärmung die Reaktionsdauer um etwa die Hälfte herabsetzen läßt. Unter den eigentlichen Nachweisbedingungen — halbe Normalität der Natronlauge im Endgemisch Reagens-Prüflösung bzw. Reagens—Wasser — ist festzustellen, daß die letztere, die Blindprobe selbst, schon nach 3,5 min bei der Temperatur des kochenden Wasserbades Formazan abscheidet. Sind Reduktionsmittel anwesend, so erfolgt die Formazanabscheidung rascher, doch ist nur sehr schwer zu erkennen, ob die zeitliche Differenz des ersten Auftretens zwischen Versuch und Blindprobe groß genug ist, um die Gegenwart einer reduzierenden Substanz mit Sicherheit bejahen zu können.

Beim Tropfen einer wäßrigen Tetrazoliumlösung auf Natriumhydroxydplätzchen tritt sofort Formazan auf. Diese Beobachtung steht durchaus mit der Tatsache im Einklang, daß Kochen an sich genügt, in alkalischer Tetrazoliumlösung Formazanbildung herbeizuführen.

Der Wert der Tetrazoliumreaktion auf HS-Verbindungen in Alkaligegenwart erscheint noch durch die Strahlungsempfindlichkeit des Salzes weiter vermindert. Es fiel auf, daß ein älteres Tetrazoliumpräparat gelblich gefärbte Bestandteile aufwies, während ein frisches vollkommen einheitlich weiß war. Die neutrale Lösung des gelblichen (gealterten) Präparates gab bei UV-Bestrahlung rascher die Formazanabscheidung als die des neuen. Genau so verhielt sich das frische, aber in Substanz 30 min lang UV-bestrahlte und dadurch bis zu einem gelblichen Ton verfärbte Präparat in wäßriger Lösung. Durch Natronlauge oder UV-Bestrahlung (auch lange zur Einwirkung gelangtes Tageslicht genügt) entsteht aus Triphenyltetrazoliumchlorid eine Verbindung von ausgesprochen reduzierenden Eigenschaften in zur Formazanabscheidung ausreichender Menge. Reduzierende Substanzen beschleunigen in beiden Fällen die Formazanentstehung durch UV-Bestrahlung, doch bleibt es trotz Blindversuchen ungewiß, in welchem Ausmaß Probe und „Verunreinigung" in ihrer Kombination zusammen wirken. Wegen dieser Unsicherheit kann der Methode von M. Zingsheim ein vorläufig nur verhältnismäßig geringer Wert zugebilligt werden, denn Salbengrundlagen ohne Reduktionsvermögen können infolge der erwähnten Verunreinigung des Reagenses ein solches vortäuschen.

V. Mit alkalischem Tetrazoliumreagens behandelte Haare färben sich nach einiger Zeit, je nach den näheren Bedingungen, rot. Diese Rotfärbung ist zweifellos auf die aus den Cystinbrücken des Keratins durch Hydrolyse entstehenden HS-Gruppen zurückzuführen. Das Eintreten der Färbung ist in hohem Grade abhängig von der Laugenkonzentration. Am besten eignet sich 0,5—1,0 n Natronlauge. Man kann dies nicht etwa durch die Dauer der Cystinbrückenhydrolyse allein erklären. Vielmehr beanspruchen auch Quellungs- (und Diffusions)-vorgänge, die erst die Cystinbrücken zugänglich machen, ebenfalls Zeit[13]. Ferner wäre daran zu denken, daß unter den Bedingungen des Haares diese Laugenkonzentration die Cystinbrücken optimal aufspaltet. Bei ungebleichtem Haar währt die Reaktion etwa 2—3 min mit 0,2 g Tetrazoliumsalz/100 ml 1,0 n Natronlauge, bei Anwendung von 0,1 n Natronlauge als Lösungsmittel etwa 45 min. Quellungsvorgänge müssen eine wesentliche Rolle spielen, da z. B. eine Lösung von 0,2 g Tetrazoliumsalz in 0,5 n Natronlauge Haar nach etwa 20 min stark rot, die gleiche Lösung aber nach Zusatz von 5 g Natriumchlorid je 100 ml in gleicher Zeit Haar gleicher Herkunft wesentlich schwächer färbt. Es ist aus meinen früheren Untersuchungen[13] bekannt geworden, daß Neutralsalze quellungsvermindernd auf Haare wirken und die schwächere Reaktion bedeutet, daß infolge Quellungshemmung weniger Cystinbrücken hydrolysiert werden.

Die Art der Base ist ebenfalls von Einfluß. 0,2 g Tetrazoliumchlorid in 100 ml n Monoäthanolaminlösung färbt unbehandeltes Haar erst nach etwa 3 Std, zum Unterschied von einer Reagenslösung mit n Natronlauge, die den gleichen Effekt spätestens nach 15 min erzielen läßt. Mit in n Ammoniumhydroxydlösung gelöstem Reagens ist nach 3 Std nur eine schwache Rotfärbung der gleichen Haare feststellbar. Diese Beobachtungen sind wohl auch auf einen Quellungseffekt zurückzuführen, erinnern aber zugleich an den unterschiedlichen Einfluß

verschiedener Basen auf die sogenannte „Bindung" von Thioglykolat durch Keratin, den ich vor kurzem beschrieben habe[14].

Je nach Base und Einwirkungsdauer zeigt sich bei mikroskopischer Betrachtung der mit Tetrazoliumreagens behandelten Haare — gebleichte Haare sind unter sonst gleichen Bedingungen im allgemeinen stärker als die entsprechenden ungebleichten gefärbt — im Querschnitt (15 μ Dicke) periphere Anfärbungen oder Gesamtanfärbungen. Infolge der Löslichkeit des Formazans sowohl in Paraffin als auch in den Paraffinentfernungsmitteln ist die äußere Zone (Cuticula) aufgehellt oder farblos. Bei peripherer Anfärbung des Querschnitts ist häufig eine deutliche *Asymmetrie* zu erkennen. Gleich scharf eingestellte, gegenüberliegende Zonen sind verschieden intensiv gefärbt. Diese Variabilität, die durchaus der der Haare überhaupt entspräche[14], könnte vielleicht als Beweis einer konfigurativ-konstitutionellen Verschiedenheit der Haarfaser im Sinne einer Bilateralität gelten, die durch andere Anfärbungen von Wollfasern von M. Horio und T. Kondo[16] gezeigt wurde. Wahrscheinlicher aber ist doch zunächst die Annahme einer unterschiedlichen Quellung durch die Reagenslösung und damit Diffusion des Reagenses. Die Unterschiedlichkeit der Quellung längs eines Haares ist bekannt.

2, 3, 5-Triphenyltetrazoliumchlorid läßt sich zur Demonstration der hydrolysierenden Wirkung von Alkalien auf Cystin bzw. Cystinbrücken in Keratin verwenden bzw. zum Nachweis gebleichten oder geschädigten Haares überhaupt bei Abwesenheit von Sulfit, Thioglykolat und größeren Mengen von Wasserstoffperoxyd.

Das zu prüfende Haar übergießt man mit einer Lösung von 0,5 g Tetrazoliumchlorid in 100 ml n Natronlauge. Gebleichtes Haar färbt sich, je nach Bleichungsgrad, binnen 2—3 min schwächer oder stärker rot. In der gleichen Zeit aber ist ungebleichtes Haar nur schwach rot gefärbt. Der Unterschied ist deutlich.

VI. Nach Fleming[10] sind mit 0,2%iger Dimethyl-p-phenylendiaminhydrochloridlösung 50 μg (1 : 20000) Cysteinhydrochlorid in 1 ml Lösung nachzuweisen. Wegen der offenbaren Wesensgleichheit der Reaktionen nach Fleming und Toyoda wurde jene sowohl nach Vorschrift des ersten Autors, nämlich durch Erhitzen, als auch nach der des zweiten, durch Stehenlassen des Reaktionsgemisches, herbeigeführt. In beiden Fällen ergab sich eine deutliche Abhängigkeit der Reaktionen von der Menge der zugesetzten Reagenslösungen (Tab. 3 und 4, S. 409, bzw. 410).

Die von Fleming mitgeteilte Empfindlichkeit seiner Reaktion kann somit bestätigt werden. Allerdings erfordert ein solcher Nachweis das *Ansetzen von Reihenproben mit gestaffelten Reagenszusätzen*, da man sonst negative Ergebnisse erhält. Positiver Ausfall der Reaktion ist nur die klare Blaufärbung.

Wie aus der Blindprobe und den Reaktionen bei bestimmten Mengenverhältnissen der Reagenslösungen hervorzugehen scheint, handelt es sich bei den Rot-, Gelb-, Braun- und Violettfärbungen um Nebenreaktionen, möglicherweise um die Entstehung gefärbter (und auch farbloser) Oxydationsprodukte von Dimethyl-p-phenylendiamin. Man erhitzte stets bis zum Sieden oder bis zum Erscheinen einer

sich nicht mehr verändernden Färbung, gegebenenfalls unter Ersatz des verdampften Wassers, in der Flamme. Nach Zugabe von Reagens A und B (in dieser Reihenfolge) zur Testlösung wird das Gemisch zuerst stark rot, dann beim Erhitzen violettrot. Negative Reaktionen (Blindprobe oder bei nicht dem jeweils vorhandenen

Tabelle 3. *Reaktion nach* Fleming *mit verschieden großen Zusätzen an Reagenzien A und B (vgl. S. 403, Ziff. 8). Ausführung im Reagenzglas.*

1 ml Testlösung mit c g Cysteinhydrochloridgehalt versetzt mit	Nach Erhitzen beobachtet nach	Ohne Erhitzen beobachtet nach
Blindprobe; c = 0 g A: 0,5 ml, B: 0,05 ml	sofort: violett 15 Std: stark violett	anfangs hellrot 20 Std: violett (schwächer als nach Erhitzen)
c = 0,0005 g A: 0,5 ml, B: 0,05 ml	sofort: violett 40 Std: violett, blaustichig	1 min: braungelb 20 Std: klare Blaufärbung
c = 0,0005 g A: 1 ml, B: 0,1 ml	sofort: klare Blaufärbung 15 Std: etwas stärker	1 Std: violettbraun, vorher rotviolett 20 Std: stark violett, blaustichig
c = 0,0001 g A: 1 ml, B: 0,1 ml	sofort: rotviolett 1 Std: braunviolett 20 Std: stark violett	20 Std: stark violett entsprechend Blindprobe
c = 0,00005 g A: 1 ml, B: 0,1 ml	sofort: violett 20 Std: stark violett	20 Std: stark violett wie Blindprobe
c = 0,00005 g A: 0,5 ml, B: 0,05 ml	sofort: violett 20 Std: violett	20 Std: stark violett wie Blindprobe
c = 0,00005 g A: 0,1 ml B: 0,01 ml	sofort: klare Blaufärbung 20 Std: etwas verstärkt	1 Std: gelb 40 Std: farblos
c = 0,00005 g A: 0,05 ml, B: 0,01 ml	sofort: schwache, aber klare Blaufärbung 15 Std: etwas abgeschwächte Blaufärbung	1 Std: rotbraun 15 Std: schwächer rotbraun als vor
c = 0,000005 g A: 3 ml, B: 0,3 ml	sofort: violett 15 Std: stark violett	
c = 0,000005 g A: 1 ml, B: 0,1 ml	sofort: violett 15 Std: stark violett	anfangs rot, dann hellrot 20 Std: violett
c = 0,000005 g A: 0,5 ml, B: 0,05 ml	sofort: violett 15 Std: stark violett	anfangs rot, 1 min hellrot-rotbraun-gelb 20 Std: schwach braun-gelb
c = 0,000005 g A: 0,05 ml, B: 0,01 ml	sofort: gelbbraun 15 Std: stark gelbbraun	1 Std. schwach rotbraun 15 Std: ebenso

Cysteingehalt entsprechenden Reagensmengen) zeigen an sich eine charakteristische Farbänderung: Das Violettrot schlägt nach Violett um. Liegt unter günstigen Reagensmengenverhältnissen Cystein vor, so entfärbt sich das Violettrot zunächst, nach wenigen Sekunden erscheint eine Gelbfärbung, die über Gelbgrün in das klare

Blau übergeht. Gelegentlich beobachtet man, daß eine Entfärbung eintritt, die sich nicht mehr bei weiterem Kochen ändert. Die Reaktion kann auch bis zur Gelbfär-

Tabelle 4. *Reaktion nach* Toyoda *mit verschieden großen Zusätzen an Reagenzien C und D (vgl. S. 403, Ziff. 8). Ausführung im Reagensglas.*

1 ml Testlösung (mit c g Cysteinhydrochloridgehalt) versetzt mit	Ohne Erhitzen beobachtet nach	Nach Erhitzen beobachtet nach
c = 0,0005 g C = 0,5 ml, D = 0,05 ml	1 Std: erstes Anzeichen einer Blaufärbung 24 Std: eben noch zu sehende Blaufärbung	sofort: sehr schwache Blaufärbung 15 Std: ebenso
c = 0,0001 g C = 1 ml, D = 0,1 ml	6 Std: Blaufärbung 24 Std: starke Blaufärbung	sofort: Blaufärbung 15 Std: Violettblau
c = 0,0001 g C = 0,1 ml, D = 0,01 ml	24 Std: farblos geblieben	sofort: farblos 15 Std: ebenso
c = 0,0005 g C = 2,5 ml, D = 0,25 ml	5 Std: deutliche Blaufärbung 24 Std: starke Blaufärbung	sofort: klare Blaufärbung 15 Std: starke Blaufärbung mit Violettstich
c = 0,000005 C = 0,05 ml, D = 0,005 ml	7 Std: schwach braunrot 24 Std: sehr schwach rotbraun, violettstichig	sofort: farblos 15 Std: ebenso
c = 0,0005 g C = 0,5 ml, D = 0,05 ml	7 Std: Blaufärbung 24 Std: klare Blaufärbung	sofort: schwache Blaufärbung 15 Std: violettblau, schmutzig
c = 0,00005 g C = 2 ml, D = 0,2 ml	9 Std: schwaches, gerade noch sichtbares Blau 24 Std: sehr schwache Blaufärbung, violettstichig	sofort: schwach schmutzigblau 15 Std: schmutzigviolettblau
c = 0,00005 g C = 3 ml, D = 0,3 ml	24 Std: schwache, schmutzigviolettblaue Färbung	sofort: grünblaue Färbung, 15 Std: schmutzigviolettblau
c = 0,00005 g C = 5 ml, D = 0,5 ml	24 Std: sehr schwach schmutzigblau, violettstichig	sofort: Gelbbraunviolettfärbung 15 Std: wie vor, etwas verstärkt
Blindprobe C = 1 ml, D = 0,1 ml	24 Std: schwach braunrot, violettstichig	sofort: gelb, grünstichig 15 Std: Gelbfärbung
c = 0,000005 C = 5 ml, D = 0,1 ml	7 Std: Gelbfärbung 24 Std: etwas verstärkte Gelbfärbung	sofort: gelbbraun, violettstichig 15 Std: etwas verstärkt

bung fortschreiten und dann unverändert bleiben. Stets handelt es sich in diesen Fällen um Übergänge zu optimalen Reaktionsbedingungen, die zur Erzielung der

Blaufärbung erforderlich sind. Man darf daher sagen, daß mit Annäherung an die optimalen Reagensmengen der Wechsel der Farbstufen umso rascher stattfindet, je höher der Cysteingehalt der Testlösung ist. Darauf ist bei Durchführung der nötigen Reihenversuche (vgl. oben) zu achten; es bietet Hilfe bei Auffindung der passenden Reaktionsbedingungen.

Thioglykolsäure ist nach Fleming nicht nachweisbar. Die nach Zugabe von Reagens A und B auftretende Rotfärbung geht, je nach Menge der Reagenzien, entweder in ein Gelbbraun oder Violett über. Eine nach Zusatz von Reagens B etwa rasch vorübergehende Blaufärbung ist offensichtlich identisch mit der Farbreaktion von R. Andreasch[11].

Deutlicher Beweis für die Wesensgleichheit der Reaktionen nach Fleming und Toyoda ist, daß auch mit dem Flemingschen Reagens die bei langem Stehen (20 Std) bei geeigneten Reagensmengen klare Blaufärbung zu beobachten ist (vgl. Tab. 3). Die Aufeinanderfolge der Färbungen bei Raumtemperatur ist jener beim Erhitzen (Fleming) ähnlich. Das ursprüngliche Rot und Hellrot geht dann deutlich ins Farblose über, wenn die Reaktion positiv wird. Die einzelnen Stadien sind oft wenig unterscheidbar, auch braucht Gelbfärbung nicht aufzutreten, sondern es bläut sich die farblose Lösung unmittelbar. Statt Gelbfärbung wird auch Braungelbfärbung beobachtet, die langsam in Blau übergeht.

Mit der Nachweisbarkeit von 50 μg Cysteinhydrochlorid in 1 ml Lösung besitzt die Reaktion von Toyoda die gleiche Empfindlichkeit wie die von Fleming. Der Einfluß der Reagenzienmengen ist ebenso deutlich. *Die Notwendigkeit, bezüglich Reagens C Reihenversuche zur Ermittlung der günstigsten Bedingungen anzustellen,* ist gleichfalls gegeben. Obwohl das Auftreten der kennzeichnenden Blaufärbung bei der Grenzkonzentration nach wenigstens 7 Std zu beobachten ist, so ist trotzdem der Ausführung nach Toyoda der Vorzug zu geben, weil wahrscheinlich die Zwischenfärbungen (schwaches Violettrot, Rotgelb, Braugelb, Gelb, Blau) nicht so deutlich als Folge von Nebenreaktionen besonders des Reagenses C verzögert oder unterdrückt werden. Dementsprechend ist die nach Toyoda erzielte Blaufärbung stets klarer als die nach Fleming.

Negativ verlaufende Toyoda-Nachweise bleiben in den meisten Fällen bei der Braunfärbung stehen, weniger häufig bei Rotgelb oder Gelb und selten wird die Reaktionslösung farblos.

Die Thioglykolsäure liefert keine positive Reaktion. Die beobachtete Färbung war nach 6 Std Wartezeit braunrot, nach 24 Std klar braunrot mit Violettstich, nach dem Erhitzen sofort gelbbraunviolettstichig, nach 15 Std etwas stärker.

Zum weiteren Nachweis der Wesensgleichheit der Reaktionen nach Fleming und nach Toyoda wurden unter Beibehaltung der Reagenzien A und C Reagens B nach Fleming ersetzt durch die eisen(III)-äquivalente Menge Eisenammoniumalaun (Reagens D). Demnach wurden verwendet: Reagens A und BT (8,879 g Eisenammoniumalaun und 5 ml konzentrierte Schwefelsäure, mit Wasser auf 100 ml verdünnt) für die Flemingsche Ausführungsform des Nachweises und Reagens C und DF (3,519 g Eisen(III)-chloridhexahydrat und 5 ml konzentrierte Schwefelsäure, mit Wasser auf 100 ml verdünnt) für die Toyoda-Reaktion.

Der Toyoda-Nachweis ist deutlich empfindlicher als der nach Fleming. Während 50 μg Cysteinhydrochlorid in 1 ml mit 0,5 ml Reagens A und 0,05 ml Reagens BT bei Raumtemperatur nach 5 min Violettrot-, nach 40 Std starke Violettfärbung

liefern, bzw. sofort nach dem Erhitzen die Lösung violettrot, 40 Std später violett wird, ergibt die gleiche Cysteinhydrochloridmenge mit 0,5 ml Reagens C und 0,05 ml Reagens DF nach 10 min bei Raumtemperatur leichte Braunrot-, nach 40 Std klare Blaufärbung, sofort nach dem Erhitzen eine schmutzige Blaufärbung, nach 40 Std klares Violettblau. Noch 5 μg Cysteinhydrochlorid in 1 ml sind mit 1 ml Reagens C und 0,1 ml Reagens DF nach 40 Std Stehen des Reaktionsgemisches (im Dunkeln) an einer schwachen, allerdings schmutzigblauen Färbung erkennbar. Die Ausführung nach Fleming zeigt eine ebenso deutliche Empfindlichkeitsabnahme. Nur 500 μg Cysteinhydrochlorid in 1 ml Lösung sind mit 1 ml Reagens A und 0,1 ml Reagens BT feststellbar an der sofort nach dem Erhitzen auftretenden klaren Blaufärbung (die nach 40 Std unverändert erscheint) und bei Raumtemperatur bereits nach 3 Std beobachtbar ist (Beginn der Blaufärbung nach 5 min). Die Blindproben mit Reagenzien C und DF führen sofort nach dem Erhitzen zu Gelbfärbung und bleiben bei Raumtemperatur farblos, mit den Reagentien A und BT treten sofort nach dem Erhitzen Violettrot- und bei Raumtemperatur nach 5 min Violettfärbung ein, die sich nach 40 Std etwas abschwächt (Rotstich).

Es ist möglich, Cysteinhydrochlorid unter gewissen Bedingungen neben Thioglykolsäure nachzuweisen. Übersteigt die Thioglykolsäuremenge nicht 2500 μg je ml, so sind in dieser Flüssigkeitsmenge noch 50 μg Cysteinhydrochlorid nachweisbar, wenn 2,5 ml Reagens A und 0,25 ml Reagens BT zugefügt werden. Die Blaufärbung tritt nach etwa 20 Std Stehen bei Raumtemperatur auf, wobei in den ersten 5 min Grüngelbfärbung festzustellen ist. Erhitzen führt lediglich zu starker Rotviolettfärbung. Weniger empfindlich ist die Reaktion bei Anwesenheit von 2500 μg Thioglykolsäure neben 250 μg Cysteinhydrochlorid in 1 ml, wenn 0,5 ml Reagenz C und 0,05 ml Reagens DF zugesetzt werden. Beim Erhitzen bleibt das Reaktionsgemisch farblos, beim 3stündigen Stehen bei Raumtemperatur tritt eine schwache, aber deutliche Blaufärbung auf. Befinden sich neben 83 μg Cysteinhydrochlorid 417 μg Thioglykolsäure in 1 ml Lösung, so ist jenes nach Zugabe von 2,5 ml Reagenz C und 0,25 ml Reagens DF bei Raumtemperatur binnen 5 min an schwacher Blaufärbung, sofort nach Erhitzen an gelbgrüner, 20 Std später an sehr schwach blauer Färbung erkennbar.

Die nach Fleming-Toyoda festgestellte Empfindlichkeit des Cysteinhydrochloridnachweises von 50 μg/ml ist neben 5000 μg Thioglykolsäure ml zu erreichen, wenn die Konzentrationen der Reagenzien C und D verdoppelt werden (C′ und D′). Je ml Testlösung fügt man dann 2,5 ml Reagens C′ und 0,25 ml Reagens D′ zu und erhält nur bei Raumtemperatur nach 8 Std Wartezeit eine klare, gerade noch feststellbare Blaufärbung des nach 5 min farblosen Reaktionsgemisches.

VII. Bei Ausführung des Nachweises nach Nakamura und Binkley[21] sind noch 62,8 μg Cysteinhydrochlorid/ml Lösung (1:15900), von Cystin 1200 μg ml (1:833) festzustellen. In Bestätigung der Beobachtung der Autoren liefert Thioglykolsäure keine Reaktion. Die charakteristische Blaufärbung der Reaktionslösung verändert sich nach einiger Zeit. Es erscheint ein braungelber, ziemlich heller Ton oder eine gelbrote Färbung. Manche Proben behalten die Blaufärbung länger bei. Bei der Grenzkonzentration schlägt die Färbung nach 12—24 Std nach Rötlich um. Die Blindprobe weist dunkelrote Färbung auf, wie sie für den Chloridnachweis von F. Binkley[2] kennzeichnend ist.

VIII. Gebleichte Haare, die in einer Menge von etwa 500 mg dem Einfluß von jeweils 100 ml n Natronlauge 20 bzw. 60 min lang bei Raumtemperatur ausgesetzt worden waren, wurden nach dem Ausspülen mit Wasser 15 min lang in je 100 ml n Essigsäure neutralisiert, gut mit Wasser abgespült und unter dem Föhn getrocknet. Diese so behandelten

sogenannten Ansatz- und Spitzenhaare[14] sind gegen Lauge besonders empfindlich (vgl. II und V). Der durch Hydrolyse gebildete Cysteinrest müßte die Fleming-Toyoda-Reaktion liefern. Etwa 50 mg der nach obigem 20 min mit Lauge behandelten Ansatzhaare wurden mit 2 ml Reagens C und 0,2 ml Reagens D versetzt und zur völligen Benetzung geschüttelt. Schon nach 3 min trat leichte Bläuung der Lösung auf, die sich binnen 30 min zu klarer Blaufärbung entwickelte. Die 60 min lang in Natronlauge befindlich gewesenen Haare zeigten unter gleichen Bedingungen in der gleichen Zeit keine Blaufärbung. Dies läßt eventuell darauf schließen, daß längere Laugeneinwirkung weitere Umsetzung des Cysteinrestes im Haar bewirkt. Ebenso verhielten sich Spitzenhaare.

Es erscheint also möglich, mit dieser Reaktion Spaltprodukte des Haares mit HS-Gruppen in Lösung nachzuweisen. Histochemisch ist die Reaktion unbrauchbar. Die Reaktion von Nakamura und Binkley war in ihrer Anwendung auf Haare erfolglos.

Zusammenfassung.

Der Nachweis von Cystein bzw. Cystin und von Thioglykolsäure wurde mit einigen bekannten Reaktionen (Chèvremont und Frédéric, Fleming, Toyoda, Nakamura und Binkley), aber auch mit dem Reagens von Cohn auf Wasserstoffperoxyd und mit 2,3,5-Triphenyltetrazoliumchlorid untersucht und auf menschliches Haar angewandt. Beim Tüpfelnachweis nach Chèvremont und Frédéric wird die Empfindlichkeit nahezu verdoppelt, wenn die Prüflösung auf den Reagenstüpfel aufgebracht wird. Ähnliches gilt vom Nachweis mit dem Cohnschen Reagens, bei dem eine Verdrängung des anzeigenden Reaktionsproduktes durch Auftüpfeln von Wasser die Sichtbarkeit des Reaktionsausfalls verbessert. Der Nachweis mit Tetrazoliumchlorid ist unempfindlich und mehrdeutig. Aus diesem Reagens selbst entstehen beim Altern und durch UV-Bestrahlung reduzierende Substanzen, die Formazanbildung bewirken. Auch starkes Alkali wirkt so. Die Nachweise von Fleming und Toyoda sind praktisch identisch und abhängig vom Verhältnis der Menge des Cysteinhydrochlorids zur Menge des Reagenses. Daher erfordert jede Ausführung Reihenversuche mit abgestuften Reagensmengen. Die Ausführungsform der Reaktion von Toyoda ist vorzuziehen, obwohl sie zeitraubend ist. Durch geeignete Kombination der Reagenzien beider Ausführungsweisen läßt sich die Empfindlichkeit des Cysteinnachweises steigern. Thioglykolsäure liefert keine Reaktion. Neben ihr ist daher unter bestimmten Bedingungen Cysteinhydrochlorid nachweisbar. Der Nachweis von Nakamura und Binkley scheint unempfindlicher zu sein.

Der Chèvremont-Frédéricsche Nachweis bei Haaren deutet auf die Anwesenheit von HS-Gruppen in der Cuticula hin, bei mit Wasserstoff-

peroxyd behandeltem Haar könnte noch die Existenz anderer reduzierender Gruppen in Betracht kommen. Anwesenheit hydrolysierbarer Disulfidbrücken ist mit Tetrazoliumchlorid leicht festzustellen. Gebleichtes und ungebleichtes helles Haar läßt sich bis zu einem gewissen Grade mit der Formazanreaktion unterscheiden. Gebleichtes Haar gibt nach kürzerer Laugenbehandlung (Cysteinabspaltung) positive Fleming-Toyoda-Reaktion. Nach längerer Laugeneinwirkung tritt keine Blaufärbung der Reagenslösung auf. Histochemisch ist die Fleming-Toyoda-Reaktion ebensowenig anwendbar wie die von Nakamura und Binkley.

Literatur.

[1] Awe, W.: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **38**, 574 (1951); vgl. diese Z. **138**, 120 (1953). — [2] Binkley, F.: J. biol. Chemistry **173**, 403 (1948). — [3] Chèvremont, M., und J. Frédéric: Arch. Biol. **54**, 589 (1943). — [4] Cohn, M.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **3**, 38 (1949). — [5] Fairbridge, R. A., K. J. Willis and R. G. Booth: Biochemic. J. **49**, 423 (1951); nach Ber. ges. Physiol. **155**, 25 (1953). — [6] Feigl, F.: Qualitative Analysis by Spot Tests, S. 230. New York 1947. — [7] Feigl, F.: 6, S. 353. — [8] Fiedler, H. P., u. J. Schirmer: Parfümerie u. Kosmet. **35**, 89 (1947). — [9] Fischer, E.: Ber. dtsch. chem. Ges. **16**, 2234 (1883). — [10] Fleming, R.: Biochemic. J. **24**, 965 (1930); vgl. diese Z. **88**, 449 (1932). — [11] Freytag, H.: Diese Z. **138**, 259 (1953); **139**, 263 (1953). — [12] Freytag, H.: Diese Z. **131**, 77 (1950). — [13] Freytag, H.: Z. Naturforsch. **7b**, 645 (1952). — Ind. Parfumerie **7**, 260 (1952). — [14] Freytag, H.: Fette u. Seifen (wiss. Kosmetik) **56**, 415 (1954). — [15] Goddard, D. R., and L. Michaelis: J. biol. Chemistry **106**, 605 (1934); **112**, 361 (1935). — [16] Horio, M., and T. Kondo: Textile Res. J. **23**, 373 (1953). — [17] Kuhn, R., u. D. Jerchel: Ber. dtsch. chem. Ges. **74**, 949 (1941). — [18] Liebknecht, O., u. W. Katz: Handbuch der Analytischen Chemie, herausgegeben von W. Fresenius u. G. Jander, 3. T., Bd. VIa. S. 332. Springer-Verlag 1953. — [19] Lison, L.: Histochimie et Cytochimie animales, Principes et Méthodes, 2ième Ed., S. 42. Paris: Gauthiers-Vielars 1953. — [20] Lorant, E. St.: Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. **185**, 245 (1929). — [21] Nakamura, K., and F. Binkley: J. biol. Chemistry **173**, 407 (1948). — [22] Parker, J.: Science (Lancaster, Pa.) **118**, 77 (1953); nach Ber. wiss. Biol. **88**, 5 (1954). — [23] Rogers, G. E.: Quart. J. Microsc. Sci. **94**, 253 (1954). — [24] Schöberl, A., u. H. Eck: Liebigs Ann. Chem. **522**, 97 (1936). — Schöberl, A.: Collegium (Darmstadt) **1936**, 412. — [25] Speakman, J. B.: J. Soc. Dyers Colourists **57**, 73 (1941). — [26] Toyoda, H.: Bull. chem. Soc. Japan **9**, 263 (1934); vgl. diese Z. **111**, 122 (1937/38). — [27] Zingsheim, M.: Arch. Dermatol. Syphilology **194**, 118 (1952).

Dr. H. Freytag, Fulda, Löherstr. 13.

Aus dem Gütekontrollaboratorium des Fettchemie- und Fewa-Werkes Karl-Marx-Stadt.

Zur Analytik des pp′-Dichlordiphenyltrichloräthans (DDT).

Von
S. Wolf.

Mit 1 Textabbildung.

(Eingegangen am 12. August 1954.)

Einleitung.

Bei der technischen Herstellung des Insecticides DDT nach den bekannten Verfahren gewinnt man ein Produkt, das zum größten Teil aus den beiden Isomeren pp′- und op′-DDT besteht. Unter den zahlreichen Nebenbestandteilen, die gewichtsmäßig nur wenige Prozente des Wirkstoffes betragen, befinden sich andere Isomere des DDT sowie chemisch ähnliche Verbindungen[7, 13]. Insecticid wirksam ist in erster Linie das pp′-DDT, so daß dessen Gehalt als Maß für die Qualität gilt. Die Bestimmung von pp′-DDT im technischen Wirkstoff besitzt zwar eine geringere Bedeutung da bei der Herstellung das Produkt gleichmäßig anfällt, jedoch besteht die Forderung nach einem einfachen, schnellen und zuverlässigen analytischen Verfahren, um die Fabrikation zu kontrollieren. Im Rahmen dieser Arbeit wurde deshalb eine Methode zur dielektrometrischen Bestimmung des pp′-DDT-Gehaltes im technischen Wirkstoff entwickelt. Da diese Methode relative Meßwerte liefert, war es notwendig, ein Vergleichsverfahren zur exakten Bestimmung zu finden. Hierfür wurde das Extraktionsverfahren mit gravimetrischer Bestimmung des pp′-DDT-Gehaltes ausgearbeitet.

Unter den in der Literatur angegebenen Methoden zur Wirkstoffanalyse konnte bei näherer Prüfung keine die oben gestellten Forderungen voll erfüllen. Wenn auch die spektroskopischen Methoden[5, 8, 9] als die universellsten angesehen werden können, da sie gleichzeitig die Anwesenheit von Begleitkomponenten im Wirkstoff erkennen lassen, so kann diese Arbeitsweise noch nicht überall eingesetzt werden. Von den colorimetrischen Verfahren[1, 3, 14, 16] arbeiten die einen brauchbar bei entsprechendem Zeitaufwand, die anderen haben bei kürzerer Analysendauer eine größere Fehlerbreite. Kristallisationsverfahren[2, 4] bieten den Vorteil, daß das zu bestimmende pp′-Isomere zur Auswaage kommt. Nach eigenen Erfahrungen gelingt aber die Erfassung bei den technischen Wirkstoffchargen nicht immer restlos, da die Kristallisation durch die Anwesenheit der öligen Nebenbestandteile oft ungleichmäßig und verzögert erfolgt.

Dehydrochlorierungsmethoden[10, 15, 17] liefern nur dann annähernd reproduzierbare Werte, wenn parallel mit dem zu untersuchenden Muster Testmischungen bekannten pp′-DDT-Gehaltes zur Verseifung kommen. Die Ursache für die Schwierigkeiten bei der üblichen Arbeitsweise ist in dem empfindlichen Ansprechen der Dehydrochlorierung auf Änderung von Temperatur, OH^--Konzentration und Wassergehalt des verwendeten Alkohols zu suchen. Durch Mitverseifung von Nebenbestandteilen fallen die gefundenen Werte der Dehydrochlorierungsmethode meistens zu hoch aus, so daß entsprechende Korrekturen erforderlich sind. Des weiteren sei noch die kryoskopische Methode[7] sowie diejenige der Bestimmung des Erstarrungspunktes[6] erwähnt. Weder hierüber noch über ein Verfahren, das die mikroskopische Beobachtung der Kristallisationsgeschwindigkeit[11] zur Grundlage hat, liegen eigene Erfahrungen vor, die zu einer Beurteilung und Einschätzung berechtigten. Es ist aber anzunehmen, daß sich die letztgenannten Methoden für Betriebskontrollen eignen.

Darstellung der im Verlaufe der Arbeit benutzten reinen DDT-Isomeren:

pp′-DDT: Durch mehrfache Umkristallisation aus Äthanol wurde reines pp′-DDT vom Schmelzpunkt 108,5° C aus dem technischen Wirkstoff gewonnen.

op′-DDT: Aus den von der obigen Herstellung zurückgebliebenen öligen Mutterlaugen wurde durch wiederholte fraktionierte Kristallisation bei etwa —10° C op′-DDT vom Schmelzpunkt 74,0—74,5° C isoliert.

Gravimetrische Methode (Extraktionsverfahren).

Als Anschlußverfahren zur Entwicklung einer auf phys.-chem. Messungen beruhenden Betriebskontrollmethode war nach der Literatur das Kristallisationsverfahren wegen der gravimetrischen Erfassung des pp′-DDT am geeignetsten. Aus bereits oben genannten Gründen traten aber bei der Anwendung dieses Verfahrens Schwierigkeiten auf. Um den als Ursache der Komplikation erkannten Punkt der Kristallisation auszuschalten, wurde die Möglichkeit einer Extraktion der Nebenbestandteile mit Hilfe einer pp′-DDT-gesättigten Lösung untersucht. Hierbei zeigten sich unverkennbare Vorteile der Extraktion gegenüber der Kristallisation. Während bei dem Kristallisationsverfahren die gesamte Untersuchungsprobe in einer pp′-DDT-gesättigten Standardlösung bei *höherer* Temperatur zur Lösung kommt, werden nach dem hier beschriebenen Extraktionsverfahren durch Rühren der Untersuchungsprobe mit pp′-DDT-gesättigter Grundlösung *ohne* Temperaturerhöhung nur die Nebenbestandteile — einschließlich op′-DDT — entfernt. Das zu bestimmende pp′-DDT bleibt zurück und wird ausgewogen. Das Arbeiten mit einer gesättigten Grundlösung macht es notwendig, eine empirisch zu ermittelnde Korrektur des Ergebnisses vorzunehmen. Der Korrekturwert beträgt unter Einhaltung der unten beschriebenen Arbeitsweise bei einem pp′-DDT-Gehalt von etwa 70% im Mittel — 3%.

Er ist bei den einzelnen Bearbeitern etwas verschieden und läßt sich jeweils durch Untersuchung einer sogenannten Testmischung, bestehend aus reinem pp′- und op′-DDT, ermitteln.

Ausführung. In einem 500 ml-Schliffkolben mit Kühleraufsatz und Rührvorrichtung werden zur Herstellung der Grundlösung 4 g pp′-DDT (Fp. 108,5° C) mit 500 ml 75%igem Äthanol bei 70° C (Thermostat) gerührt und innerhalb von 45 min vollständig gelöst. Es wird auf 50° C abgekühlt und bei dieser Temperatur nochmals 90 min gerührt. Bereits nach 15—30 min fallen pp′-DDT-Kristalle aus. Nach Beendigung der Sättigung läßt man in der Lösung den Bodenkörper absitzen, während sie weiterhin im Thermostaten bei 50° C verbleibt.

2 g des zu untersuchenden Wirkstoffs werden in einen 250 ml-Schliffkolben eingewogen und 150 ml obiger dekantierter Grundlösung zugefügt (Meßzylinder). Es wird nun 180 min bei 50° C gerührt und anschließend das ungelöste pp′-DDT rasch durch einen Glasfrittentiegel G 3 abgesaugt. Als Waschflüssigkeit werden 50 ml der vom Bodenkörper abgegossenen und bei 50° C temperierten Grundlösung benutzt. Der Rückstand auf der Fritte wird bei 80° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen. Der Schmelzpunkt der abgesaugten Kristalle muß zwischen 107 und 109° C liegen.

Dieses Extraktionsverfahren wurde als Vergleichsverfahren entwickelt, wobei auf die Schnelligkeit der Ausführung kein Wert gelegt wurde. Es steht außer Zweifel, daß sich die einzelnen Arbeitsgänge zeitlich verbessern lassen. Eine Neufestsetzung des Korrekturwertes ist hierbei erforderlich. Mit diesem gravimetrischen Verfahren wurde eine Reihe technischer Wirkstoffchargen untersucht; die Ergebnisse waren zufriedenstellend. Teils handelte es sich dabei um frische Produktionschargen, teils kamen durchkristallisierte ältere Proben zur Untersuchung. Die Fehlergrenze ist nach den bisherigen Erfahrungen kleiner als $\pm 1\%$.

Dielektrometrische Methode.

Analog zu den Bemühungen, die wirksame γ-Komponente des HCH-Isomerengemisches durch Messung der Dielektrizitätskonstante chlorbenzolischer Lösungen zu erfassen[19], wurden Versuche unternommen, diese Methodik auf die Untersuchung des technischen DDT-Wirkstoffes zur Bestimmung des pp′-Isomeren zu übertragen.

Die Möglichkeit einer Auswertung von DK-Messungen lag nahe, da nach H. Wild[18] die Dipolmomente der beiden mengenmäßig überwiegenden Isomeren weit genug auseinander liegen, so daß sie meßbare ε-Differenzen auch in Lösungen geben (Tab. 1).

Tabelle 1. *Dipolmomente und Pseudo-DK-Werte der beiden wichtigsten DDT-Isomeren.*

	Dipolmoment in $dyn^{1/2} \cdot qcm^{18}$	Pseudo-DK-Wert bei 20° C, Lösungsmittelgemisch: Dioxan/Äthylenchlorid
pp′-DDT	1,12	3,20
op′-DDT	2,24	4,88

Es ist zu bemerken, daß im Gegensatz zu den oben zitierten HCH-Isomeren beim DDT die insecticid aktivere Komponente das niedrigere Dipolmoment besitzt. — Erwartungsgemäß traten bei der Auswahl eines geeigneten Lösungsmittels Schwierigkeiten auf. Durch den verhältnismäßig kleinen Pseudo-DK-Wert* des zu bestimmenden pp'-Isomeren sind Lösungsmittel mit niedrigen ε-Werten, die bevorzugt für dielektrometrische Analysen Verwendung finden, weniger geeignet, da die resultierenden ε-Differenzen gering sind. Bei Verwendung eines Lösungsmittels von etwa 3,20 ε tritt sogar ein Nichtansprechen auf zugesetzte pp'-DDT-Mengen ein.

Wählt man Lösungsmittel mit höheren ε-Werten aus, so treten andererseits nicht geringe Nachteile auf. Zum Beispiel zwingt der größere Temperaturkoeffizient zu noch exakterer Einhaltung der Meßtemperatur, während gleichzeitig die Größe des absoluten ε-Wertes die Verwendung von Meßzellen höherer Leerkapazität ausschaltet und damit die Meßgenauigkeit dämpft. Außerdem treten bei einigen Substanzen mit höheren ε-Werten, wie Alkoholen, beträchtliche Schwierigkeiten durch unkontrollierbare Streuungen der Meßwerte auf, weshalb von ihrer Verwendung abzuraten ist.

Um einen Überblick des Einflusses von zugesetzten pp'-DDT-Mengen zu einem gleichbleibenden Volumen Lösungsmittel zu vermitteln, sei die Tab. 2 angeführt.

Tabelle 2. *ε-Werte von Lösungen mit variablen Zusätzen an pp'-DDT bei verschiedenen Lösungsmitteln, gemessen bei 30 ° C in einer 5-Plattenmeßzelle.*

gpp'-DDT/ 20 ml Lösungsm.	ε-Werte nach pp'-DDT-Zusatz bei				$\Delta\varepsilon$-Werte (pp'-DDT-haltige Lösung - Lösungsmittel) bei			
	Benzol	Tetralin	Chlorbenzol	Äthylenchlorid	Benzol	Tetralin	Chlorbenzol	Äthylenchlorid
0,0	2,300	2,980	5,520	9,980	—	—	—	—
0,3	2,311	2,988	5,488	9,903	+ 0,011	+ 0,008	— 0,032	— 0,077
1,0	—	—	5,434	9,637	—	—	— 0,086	— 0,343
3,0	2,386	3,015	5,270	9,065	+ 0,086	+ 0,035	— 0,250	— 0,915
5,0	2,429	3,037	5,128	8,540	+ 0,129	+ 0,057	— 0,392	— 1,440

Es ist ersichtlich, daß sich z. B. Benzol und Tetralin sowie Lösungsmittel mit ähnlich niedrigen ε-Werten kaum für den vorgeschenen Zweck eignen. Chlorbenzol zeigt bereits meßbare ε-Differenzen, während Äthylenchlorid sowie auch Flüssigkeiten mit höherem DK-Wert sehr gut unterscheidbare Meßwerte in bezug auf variable Mengen pp'-DDT ergeben. Auf Grund dieser Studie wurde als Lösungsmittel für die in

* Im Rahmen einer Ing.-Arbeit bestimmte H. Zeidler die sogenannten Pseudo-DK-Werte für pp'- und op'-DDT, d. h. die Dielektrizitätskonstanten von Lösungsmittelgemischen, bei denen zugesetzte Substanzmengen nicht zu einer ε-Änderung der Lösung führten (siehe Tab. 1, S. 417).

dieser Arbeit beschriebene Methode Chlorbenzol ausgewählt. Es erwies sich vorteilhaft durch seinen geringen Dampfdruck[19], seinen noch mäßigen Temperaturkoeffizienten, sowie außerdem durch seine Stellung zu den Ausgangsmaterialien der DDT-Herstellung. Eine im Wirkstoff verbliebene Restmenge Chlorbenzol kann sich nicht als Fehler bei der dielektrometrischen Analyse auswirken. Mit diesem Lösungsmittel wurden für die beiden Hauptkomponenten des technischen Wirkstoffs die in Tab. 3 angegebenen Meßwerte festgestellt.

Tabelle 3. *ε-Werte von DDT-Isomeren in chlorbenzolischer Lösung, 3 g/20 ml, gemessen bei 30° C in einer 7-Plattenmeßzelle.*

3 g/20 ml	ε	$\Delta\varepsilon$*
Chlorbenzol	5,520	—
Chlorbenzol + pp′-DDT	5,270	— 0,250
Chlorbenzol + op′-DDT	5,480	— 0,040

* $\Delta\varepsilon$ bedeutet die Differenz zwischen dem ε-Wert der Isomerenlösung und dem ε-Wert des Lösungsmittels.

Werden noch Zwischenwerte durch Mischung der reinen Isomeren gemessen, dann zeigt sich, daß die resultierende Kurve eine Gerade ist.

Eine Auswertung von DK-Messungen technischer Wirkstoffe auf dieser Kurve verbietet sich allerdings, da die vorhandenen Nebenbestandteile bezüglich ihres dielektrometrischen Einflusses nicht vernachlässigt werden dürfen. Nach durchgeführten Versuchen kann aber deren Zusammensetzung für ein gleichbleibendes Produktionsverfahren als hinreichend konstant angesehen werden, so daß es möglich ist, Nebenbestandteile + op′-DDT zu einer Komponente zusammenzufassen. Damit läßt sich der technische Wirkstoff als pseudobinäres Gemisch zwischen pp′-DDT und der Begleitkomponente darstellen und es können für Betriebskontrollbestimmungen brauchbare Schlüsse aus DK-Messungen auf den pp′-DDT-Gehalt gezogen werden.

Eichkurve.

Zur Aufstellung einer Eichkurve ist es an sich notwendig, Nebenbestandteile + op′-DDT quantitativ von pp′-DDT zu scheiden und sodann für sich und in entsprechenden Mischungen zu messen. Die Trennung ist jedoch nur unter großer Mühe möglich. Da bei der Kontrolle des technischen Wirkstoffs nur pp′-DDT-Werte von 50—100% auftreten, war es vorteilhafter, eine partielle Abtrennung vorzunehmen, d. h. ein in bezug auf op′-DDT + Nebenbestandteile stark angereichertes Produkt herzustellen. Dies ist möglich, da sich pp′-DDT leicht bis zu einer gewissen Konzentration herab aus dem technischen Wirkstoff durch Kristallisation mittels Äthanol abtrennen läßt. Das gewonnene ölige Anreicherungsprodukt mit einem pp′-DDT-Gehalt von etwa 20% wird nach der oben beschriebenen Extraktionsmethode analysiert. Mit dieser Substanz sowie reinem umkristallisierten pp′-DDT wird sodann durch Zusammenwägen und Messen verschiedener Proben eine Eichkurve

aufgestellt (siehe Ausführung), die den tatsächlichen Verhältnissen entspricht, indem die Nebenbestandteile Berücksichtigung finden. Eine Auswertung von DK-Messungen gleichkonzentrierter Lösungen von technischen Wirkstoffchargen ergibt somit Werte, die den nach anderen Verfahren ermittelten vergleichbar sind. Für die praktischen Belange ist eine Umrechnung der Skalenteile des Meßgerätes in ε-Werte nicht notwendig; es empfiehlt sich ein direktes Auftragen der Differenzskalenteile (siehe unten) gegen % pp'-DDT (Abb. 1).

Interessant ist der durch Verlängerung der Eichkurve zu gewinnende Fußpunkt mit der Skalenteilordinate, der eine Beurteilung des Pseudo-DK-Wertes des Gemisches Nebenbestandteile + op'-DDT zuläßt. Man kann auf diese Weise abschätzen, daß die Nebenbestandteile ein größeres Dipolmoment aufweisen als op'-DDT.

Erfahrungsgemäß ist es bei der dielektrometrischen Methode vorteilhaft, von Zeit zu Zeit die gewonnene Eichkurve zu kontrollieren. Es erschien aber zweckmäßig,

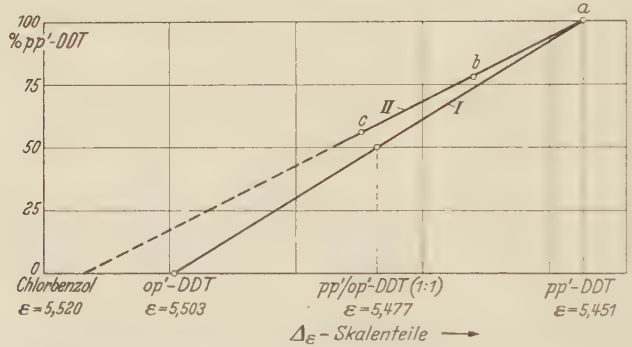

Abb. 1. *I* Eichkurve für reines Isomerengemisch pp'/op'-DDT, 10,00 g/20 ml Chlorbenzol. *II* Eichkurve für technischen Wirkstoff mit Bezugspunkten; *a* 10,00 g pp'-DDT 20 ml Chlorbenzol; *b* 7,50 g pp'-DDT/20 ml Chlorbenzol; *c* 5,00 g pp'-DDT/20 ml Chlorbenzol.

hierbei von der Messung der auf den oben geschilderten Weg hergestellten Mischungen (Nebenbestandteile, op'-DDT + pp'-DDT) abzugehen. In einfacher Weise läßt sich dies durchführen, indem man *verschiedene* Einwaagen von reinem pp'-DDT vornimmt und eine einmalige Bezugnahme auf die Originaleichkurve durchführt. Es ergibt sich dann z. B. für

5,00 g pp'-DDT/20 ml Chlorbenzol ein pp'-DDT-Gehalt in der Eichkurve von 56%*, für 7,50 g pp'-DDT/20 ml Chlorbenzol ein pp'-DDT-Gehalt in der Eichkurve von 78%*, während 10,00 g pp'-DDT/20 ml Chlorbenzol 100% pp'-DDT entspricht.

Als Bezugssubstanz wurde reines pp'-DDT gewählt, da es die zu bestimmende Komponente darstellt und sich auch durch Kristallisation aus dem technischen Wirkstoff in der notwendigen Reinheit leicht gewinnen läßt. Bei unverändertem Produktionsverfahren ist es dann jederzeit möglich, auf die mit verschiedenen Einwaagen (5,00 g, 7,50 g, 10,00 g pp'-DDT 20, ml Chlorbenzol) gewonnene Eichgerade Bezug zu nehmen. Um die Meßgenauigkeit durch größere Differenzwerte zu erhöhen, wurde die Einwaage auf 10,00 g festgelegt. Mengenmäßig ist dies vertretbar und

* Es sei betont, daß diese Werte nur für die im Rahmen der vorliegenden Arbeit analysierten Substanzen volle Gültigkeit haben. Für die Untersuchung von Wirkstoffen aus anderer Produktion ist eine Neufestsetzung der Verhältniswerte unerläßlich.

günstig, da hierdurch große Gewähr für ein gutes Durchschnittsmuster besteht. Die dielektrometrische Wirkstoffanalyse ist derart innerhalb von ungefähr 15 min durchführbar. Bei Serienanalysen tritt noch eine wesentliche Verkürzung der Arbeitszeit, berechnet auf die Einzelanalyse, ein, da DK-Messungen für Schnellkontrolluntersuchungen besonders geeignet sind. Eine Vorbehandlung des zu untersuchenden technischen Wirkstoffs ist nicht notwendig. Lediglich bei einem einzigen Muster der bisher zur Untersuchung gelangten Wirkstoffchargen enthielt das Produkt geringe Mengen Wasser, was sich in einer Trübung der chlorbenzolischen Lösung zu erkennen gab. Behandlung mit frisch kalziniertem Natriumsulfat und anschließende Filtration klärten die Lösung und ließen die Messung fehlerfrei ablaufen.

Für die Messungen stand ein DK-Meßgerät des bereits früher geschilderten Typs[12] in Spezialausführung zur Verfügung. Das Gerät besitzt eine veränderliche Kapazität von 20 pF bei Kreisplattenschnitt des Drehkondensators. Es ist dadurch ein lineares Ansteigen der veränderlichen Kapazität in bezug auf die Skalenteile des Gerätes garantiert. Dieser Umstand ist für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen von Wichtigkeit. Als Meßzellen kamen die bereits an anderer Stelle[19] eingesetzten 7-Plattenmeßzellen zur Verwendung*. Sie besitzen die erforderliche Meßempfindlichkeit bei praktischer und robuster Ausführung, haben einen Inhalt von 13 ml bei einer Leerkapazität von etwa 20 pF. Zur Einhaltung der notwendigen Temperaturkonstanz sind die Meßzellen mit einem am Thermostaten angeschlossenen Temperiermantel umgeben. Als Meßtemperatur wurde 30° ± 0,05° C gewählt. Da es sich bei den zur dielektrometrischen pp′-DDT-Bestimmung notwendigen Messungen um sehr geringe absolute ε-Änderungen handelt (50—100% pp′-DDT in der Probe entsprechen unter den angegebenen Bedingungen 0,282 ε), ist es zweckmäßig, nicht Absolutmessungen durchzuführen, sondern Relativmessungen in bezug auf einen Eichpunkt. Wir wählten als solchen den Meßwert des Lösungsmittels Chlorbenzol. Durch diese vor und nach jeder Meßreihe durchgeführte Eichung war es möglich, Temperatur-, Luftfeuchtigkeits- und sonstige Einflüsse, die unter Umständen auf das Meßgerät einwirken können, auf ein Minimum herabzudrücken. Das verwendete Gerät gestattet eine sichere Messung von 0,5 Skt., das sind bei den oben geschilderten Meßzellen ± 0,003 ε bzw. berechnet auf pp′-DDT 0,5%.

Ausführung. 10,00 g technischer DDT-Wirkstoff wird mit 20 ml Chlorbenzol (p. a.) versetzt und in einem mit Korkstopfen verschlossenen Kölbchen bis zur Auflösung des Wirkstoffs mäßig erwärmt. Eine Trübung der Lösung wird durch Behandlung mit frisch kalz. Natriumsulfat entfernt. Nach Abkühlen auf etwa 30° C wird die chlorbenzolische Lösung filtriert, gegebenenfalls direkt in die Meßzelle. Die klare Lösung wird nach 3—5 min, wenn vollständiger Temperaturausgleich erfolgt ist, gemessen. Vor und nach jeder Meßreihe wird der Meßwert des unter den obigen Bedingungen zur Herstellung der Lösung benutzten Chlorbenzols als Eichpunkt festgehalten. Man bestimmt die DK-Erniedrigung:

$$\Delta\,\varepsilon = \varepsilon_{\text{Chlorbenzol}} - \varepsilon_{\text{Lösung der Probe 10 g/20 ml.}}$$

Bei ständiger Benutzung des Verfahrens rechnet man mit den Differenzwerten der abgelesenen Skalenteile. Die Auswertung des pp′-DDT-Gehaltes erfolgt auf der oben festgelegten Eichkurve (Abb. 1. S. 420). Eine häufige Messung der Bezugspunkte 5.00 g, 7,50 g bzw. 10,00 g pp′-DDT/20 ml Chlorbenzol ist ratsam.

* Für die freundliche Überlassung einer Meßzelle (MFL 1/D) sei an dieser Stelle auch der Fa. Wissenschaftl.-Techn. Werkstätten, Dozent Dr. habil. Slevogt und Sohn, Weilheim/Obb., bestens gedankt. Es handelt sich um eine vollabgeschirmte, temperierfähige Zylinderzelle mit einer Empfindlichkeit von etwa 18 pF/ε-Einheit bei 6,5 ml Inhalt.

Auf Grund einer Anzahl Vergleichsuntersuchungen mittels des oben beschriebenen Extraktionsverfahrens konnte die Brauchbarkeit der dielektrometrischen Methode bestätigt werden. Die Abweichungen beider Analysenverfahren waren nicht größer als $\pm 2\%$. Es ist dabei die Kürze der Analysendauer als besonderes Merkmal hervorzuheben, was die dielektrometrische Bestimmung für Betriebskontrollen geeignet macht.

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten chemischen und phys.-chem. Untersuchungen wurden von Frl. Chem.-Ing. Eva Sarfert mit großer Sorgfalt ausgeführt, wofür ihr an dieser Stelle bestens gedankt sei.

Zusammenfassung.

Als ein besonders für Reihenuntersuchungen bzw. Betriebskontrollen geeignetes Verfahren wird die dielektrometrische Methode zur pp'-DDT-Bestimmung im technischen Wirkstoff mit $\pm 2\%$ Fehler angegeben. Als Anschlußverfahren zum Vergleich der relativen Meßwerte wurde eine auf Extraktion mit pp'-DDT-gesättigter, 75%ig äthanolischer Grundlösung beruhende gravimetrische Methode mit $\pm 1\%$ Fehler ausgearbeitet.

Literatur.

[1] Alessandrini, M. E.: Ann. Chim. applicata **38**, 414 (1948). — [2] Balaban, I. E., and R. D. Calvert: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 339 (1946). — [3] Chaikin, S. W.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 272 (1946). — [4] Christol, S. I., R. A. Hayes and H. L. Haller: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **17**, 470 (1945). — [5] Downing, I. R., W. V. Freed, I. F. Walker and G. D. Patterson: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 461 (1946). — [6] Fleck, E. E., and R. K. Preston: Soap Sanit. Chemicals **21**, 111 (1945). — [7] Haller, H. L., u. Mitarb.: J. Amer. chem. Soc. **67**, 1591 (1945). — [8] Henry, L.: Chim. et Ind. **69**, 87 (1953). — [9] Keller, H., M. Hochweber u. H. von Halban: Helv. chim. Acta **29**, 761 (1946). — [10] La Clair, I. B.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 763 (1946). — [11] McCrone, W., A. Smedal and V. Gilpin: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 578 (1946). — [12] Oehme, F., u. S. Wolf: Chem. Techn. (Berlin) **2**, 216 (1950). — [13] Riemschneider, R.: Pharmazie 9. Beiheft/1. Erg. Band. — [14] Schechter, M. S., S. B. Soloway, R. A. Hayes and H. L. Haller: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **17**, 704 (1954); vgl. diese Z. **131**, 323 (1950). — [15] Soloway, S. B., M. S. Schechter and H. A. Jones: Soap Sanit. Chemicals **21**, 5, 215 (1945). — [16] Stiff, H. A., and I. C. Castillo: Science (New York) **101**, 440 (1945). — Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 316 (1946); vgl. diese Z. **136**, 456 (1952). — [17] Vogelzang, E. H., u. I. M. H. v. d. Snade: Pharmac. Weekbl. **81**, 145 (1946). — [18] Wild, H.: Helv. chim. Acta **29**, 497 (1946). — [19] Wolf, S., Ch. Münster u. E. Sarfert: Diese Z. **140**, 25 (1953).

Chem.-Ing. Siegfried Wolf, Karl-Marx-Stadt, Augustusburger Str. 197.

Aus dem pharmazeutisch-chemischen Institut der Universität Szeged (Ungarn).

Über ein Verfahren zur maßanalytischen Bestimmung von Ammoniak mit 0,1 n Kaliumbromatlösung.

Von
D. Kőszegi und É. Salgó.

Mit 1 Textabbildung.

(Eingegangen am 16. August 1954.)

Freies und gebundenes Ammoniak wird durch Hypohalogenite zu Stickstoff oxydiert: $2NH_3 + 3NaOBr = 3H_2O + N_2 + 3NaBr$. Auf dieser Reaktion beruht bekanntlich eine maßanalytische Bestimmungsmethode des freien Ammoniaks und des Ammonium-Ions. Die Bestimmung erfolgt unter Anwendung einer gemessenen Menge an Hypobromitlösung bekannten Wirkungsgrades und Rücktitration des Überschusses. Die Hypobromitlösung wird durch Lösen von elementarem Brom in Alkalilauge hergestellt, die im folgenden als Bromlauge bezeichnet wird. Die Ausführung (Titerstellung der Bromlauge und Rücktitration ihres Überschusses) erfolgt im allgemeinen jodometrisch, doch gibt es auch Autoren, die sich bei der Rücktitration anderer Methoden bedienen.

I. M. Kolthoff und A. Laur[1] kommen nach gründlicher Überprüfung der bis dahin über diese Methode veröffentlichten Arbeiten zu der Feststellung, daß die Hypobromit-Ammoniakreaktion nicht quantitativ nach der obigen Gleichung verläuft. Das Verfahren liefert nämlich Überwerte von 2,5—3,5%. Auch potentiometrische Titrationen führten zu ungefähr gleich fehlerhaften Ergebnissen. In diesem Falle wurden die Bestimmungsfehler einer Spaltung des Hypobromits an der Platinelektrode zugeschrieben.

Bei der Überprüfung des Verfahrens konnten wir demgegenüber feststellen, daß die Ungenauigkeit auf zwei andere Fehlerquellen zurückzuführen ist, nämlich auf die Veränderlichkeit des Titers der Bromlauge durch die zersetzend wirkende Luftkohlensäure, deren Wirkung sich schon beim gelegentlichen kurzem Öffnen der Vorratsflasche bemerkbar macht, ferner auf den Bromverlust, der beim Ansäuern des Reaktionsgemisches vor der Zugabe von Kaliumjodid stattfindet. Aus beiden Gründen wird ein Mehrverbrauch an Bromlauge vorgetäuscht und es entstehen positive Fehler. Beide Fehlerquellen ließen Kolthoff und Laur unberücksichtigt. Sie nahmen, wie schon angegeben, einen unvollständigen Reaktionsverlauf an. Unsere Versuche zeigen aber eindeutig,

daß diese Annahme irrig ist. Unter völligem Ausschluß der dargelegten Fehlerquellen erhält man nämlich durchaus einwandfreie Ergebnisse. Man verfährt folgendermaßen:

Die Bromlauge wird in einem Bromierungskolben, z. B. in dem nach Schulek (Abb. 1) hergestellt, wobei man sich des bromliefernden Reaktionsgemisches $KBrO_3 + KBr$ bedient. Man mißt in den Kolben 40 ml 0,1 n Kaliumbromatlösung ein und setzt nach Zugabe von 1,5 g Kaliumbromid den Hahntrichter auf. Jetzt wird durch kräftiges Ansaugen Unterdruck erzeugt und der Hahn geschlossen. Hierauf werden durch den Trichter 10 ml etwa 2 n Salzsäure durch vorsichtiges Öffnen des Hahnes in den Kolben gebracht. Nach Schließen des Hahnes soll in dem Kolben noch ein geringer Unterdruck bestehen. Es wird eine dem Kaliumbromat äquivalente Menge Brom frei, die sich verlustlos zu Hypobromit binden läßt, indem man durch den Trichter 16 ml 2 n Natronlauge zufließen läßt und den Kolbeninhalt gut durchschüttelt. Jetzt kann der Kolben geöffnet werden und es wird das Ammoniumsalz (zweckmäßig eine 20 ml 0,1 n $KBrO_3$-Lösung entsprechende Menge) zugesetzt. Der aufs neue verschlossene Kolben wird auf 20 min beiseite gestellt. Hierauf werden nacheinander 1,5 g festes Kaliumjodid und 20 ml 2 n Salzsäure hinzugefügt; nach 5 min Wartezeit und Zugabe von 0,5 g Natriumhydrogencarbonat wird das freie Jod unter Stärkezusatz mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung titriert. Stopfen und Rohrstück sind vor dem Kaliumjodidzusatz in den Kolben abzuspülen. 1 ml 0,1 n Kaliumbromatlösung entspricht 0,5677 mg NH_3.

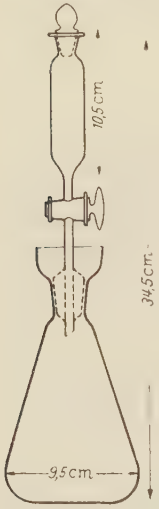

Abb. 1. Bromierungskolben nach Schulek.

Zahlreiche Titrationen ergaben, daß mit unserer Methode tadellose Ergebnisse zu erhalten sind. Als Untersuchungssubstanzen dienten analysenreine Ammoniumsalze und Ammoniaklösungen. Die Analysenergebnisse wurden bei Ammoniak und Ammoniumcarbonat direkt, bei den anderen Salzen nach der Destillation durch das übliche alkalimetrische Verfahren kontrolliert. Die guten Übereinstimmungen der gefundenen Werte mit den berechneten bzw. mit denen der Kontrollbestimmungen beweisen, daß die Reaktion zur genauen maßanalytischen Bestimmung des Ammoniaks geeignet ist.

Die vorliegende Arbeit wird ausführlich in der „Acta Chimica Hungarica" erscheinen.

Literatur.

[1] Kolthoff, I. M., und A. Laur: Diese Z. **73**, 177 (1928).

Prof. Dr. D. Kőszegi, Szeged, Boloiannisz-tér 9 (Ungarn).

Aus dem Institut für Spektrochemie und angewandte Spektroskopie
Dortmund-Aplerbeck.

Photometrische Bestimmung des Mangans mit Dithiocarbaminaten.

Von
Hermann Specker, Heinrich Hartkamp und Mathilde Kuchtner.

Mit 3 Textabbildungen.

(Eingegangen am 24. August 1954.)

Lange Zeit hindurch bediente man sich zum Nachweis und zur Bestimmung kleiner Mengen von Mangan ausschließlich des durch Oxydation mit Persulfat oder Wismutat erzeugten Permanganat-Ions, dessen Konzentration sowohl maßanalytisch als auch photometrisch erfaßt werden kann. Beiden Bestimmungsverfahren haften gewisse Nachteile an, welche die Sicherheit der Analysenergebnisse vermindern, z. B. die Unbeständigkeit des Permanganat-Ions gegenüber Reduktionsmitteln und die Störung durch andere gefärbte Verbindungen, besonders solche der Schwermetalle. Die Umgehung dieser Störungen und die verhältnismäßig großen Substanzeinwaagen, wie sie z. B. bei der Manganbestimmung in Stahl nach Schmitz notwendig sind, bedingen bei geringen Mangangehalten einen ziemlich großen Aufwand an Material und Arbeitszeit.

Erst in jüngster Zeit sind einige neue photometrische Bestimmungsverfahren ausgearbeitet worden[4, 6], deren Grundlage in fast allen Fällen die charakteristische Färbung von Komplexen des dreiwertigen Mangans ist. Diese Wertigkeitsstufe wird in bemerkenswerter Weise stabilisiert durch einige Reagenzien, z. B. Äthylendiamintetraessigsäure, die sehr beständige Chelatkomplexe bilden. Zu diesen Reagenzien gehören auch die von Délépine[2] eingeführten disubstituierten Dithiocarbaminate, die seit ihrer Bearbeitung durch Gleu und Schwab[3] zunehmendes Interesse in der analytischen Chemie gewinnen. Die Metallchelate dieser Verbindungen sind typische Innerkomplexe und als solche leicht löslich in indifferenten organischen Lösungsmitteln wie Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff, aber sehr schwer löslich in Wasser.

Die farblosen Mangan(II)-komplexe mit verschiedenen Dithiocarbaminaten gehen fast alle mehr oder weniger leicht in die entsprechenden, zumeist tiefviolett gefärbten Mangan(III)-verbindungen über[3]. Ihre Lösungen in Chloroform und anderen Lösungsmitteln sind braunviolett gefärbt. Wir haben diese Lösungen näher untersucht und haben gefunden,

daß sie sich in einfacher Weise zur raschen und genauen photometrischen Bestimmung kleiner Manganmengen verwerten lassen.

1. Chemisches Verhalten.

Wir haben für unsere Untersuchungen das Diäthyldithiocarbaminat, das Piperidindithiocarbaminat und das Pyrrolidindithiocarbaminat — alle als Natriumsalze — verwendet. Die Diäthylverbindung ist nach Messungen von Bode[1] weitaus unbeständiger als das Pyrrolidindithiocarbaminat, während ihr Mangan(II)-komplex viel leichter als das Mangan(II)-pyrrolidindithiocarbaminat oxydiert wird[3]. Das Piperidincarbaminat nimmt etwa eine Mittelstellung ein. Die drei Reagenzien sind zum Teil im Handel erhältlich, zum Teil kann man sie leicht und rasch mit guter Ausbeute selbst herstellen[3, 5].

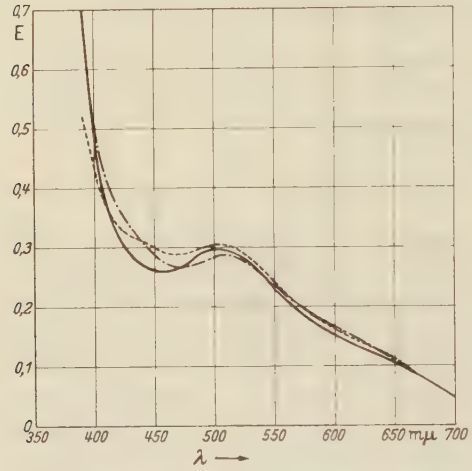

Abb. 1. Absorptionsspektren der Mangan(III)-dithiocarbaminate; $c = 2\ \mu g$ Mn/ml; $d = 2{,}000$ cm. —— Diäthyldithiocarbaminat; - - - - - - Piperidindithiocarbaminat; · · · · · · Pyrrolidindithiocarbaminat.

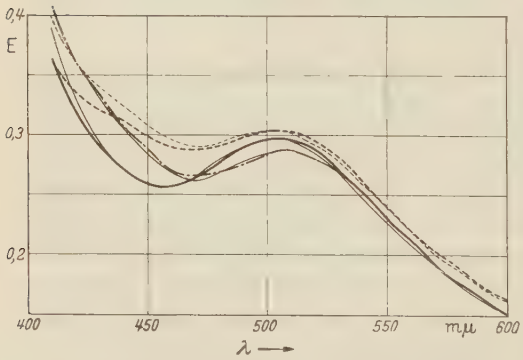

Abb. 2. Zeitliche Veränderung der Absorptionsspektren von Mn(III)-dithiocarbaminaten; die stark gezeichneten Kurven zeigen die Absorption frischer Lösungen, die schwach gezeichneten Kurven die Absorption 4 Std alter Lösungen an. $c = 2\ \mu g$ Mn/ml, $d = 2{,}000$ cm. —— Diäthyldithiocarbaminat; - - - Piperidindithiocarbaminat; - · - · Pyrrolidindithiocarbaminat.

Zweiwertiges Mangan wird über einen weiten p_H-Bereich von Dithiocarbaminaten aus wäßrigen Lösungen ausgefällt. Malissa[5] gibt als obere Grenze $p_H = 9$ an. Im sauren Gebiet ist die Grenze durch die Zersetzlichkeit der jeweiligen Dithiocarbaminsäure festgelegt. Die Fällungen können mit kleinen Mengen Chloroform sehr rasch extrahiert werden. Schon durch einmaliges Ausschütteln wird praktisch die gesamte Fällung in das Chloroform übergeführt. Der zunächst farblose Extrakt nimmt beim Schütteln mit fortschreitender Oxydation der Mangan(II)-verbindung sehr bald die

braunviolette Färbung des gelösten Mangan(III)-dithiocarbaminsäurekomplexes an. Beim Diäthyldithiocarbaminat ist die Oxydation nach höchstens 1 min vollständig, während man den Extrakt der Pyrrolidinverbindung mehrere Minuten lang schütteln muß. Die Beständigkeit der Chloroformauszüge hängt stark vom p_H-Wert der wäßrigen Phase ab. Durch Ausschüttelung zwischen p_H 6 und 7 erhält man Lösungen, deren Färbung längere Zeit konstant bleibt. Außerhalb dieser Grenzen verblassen die zunächst braunvioletten Extrakte sehr bald, besonders bei stärker ammoniakalischen Ausgangslösungen. Sehr ausgeprägt ist diese Erscheinung in Lösungen von Mangan(III)-pyrrolidindithiocarbaminat: der Mangan(III)-diäthyldithiocarbaminsäurekomplex erwies sich erwartungsgemäß als der beständigste.

2. Optisches Verhalten.

Die Absorptionsspektren der mit Chloroform bei p_H 6—7 extrahierten Mangan(III)-komplexe, gegen reines Chloroform gemessen, sind einander ziemlich gleich (Abb. 1). Geringe Unterschiede treten vor allem im kurzwelligen Bereich unterhalb 500 mμ auf. Die Abb. 2 zeigt die nach 4 Std

Abb. 3. Eichkurven zur photometrischen Manganbestimmung. λ = 578 mμ, d = 2,000 cm. *A* Diäthyldithiocarbaminat; *B* Piperidindithiocarbaminat; *C* Pyrrolidindithiocarbaminat.

in den Spektren beobachteten Verschiebungen, die nahezu innerhalb des Meßfehlers liegen.

Für die analytischen Konzentrationsbestimmungen wählten wir die Hg-Wellenlänge 578 mμ, weil die Leerwertextinktion hier verhältnis-

mäßig niedrig ist und sich auch nach längerer Zeit und bei Zersetzung des Reagenses nicht wesentlich ändert. Bei dieser Wellenlänge ist das Lambert-Beersche Gesetz in dem von uns untersuchten Konzentrationsbereich von 0—12 μg Mn/ml streng gültig. Die in Abb. 3 (S. 427) dargestellte Eichkurve A wurde durch Fällung und Extraktion von Mangan aus Standardlösungen von $MnCl_2$ mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat und Chloroform gewonnen. Die einzelnen Punkte sind Mittelwerte aus 4 bis 20 Einzelmessungen, deren mittlerer Fehler 1—2% beträgt. Die Extinktionen wurden bei einer Schichtdicke von 2,000 cm gegen reines Chloroform gemessen und für die Leerwertextinktion korrigiert. Diese erreicht unter den unten angegebenen Arbeitsbedingungen den Wert 0,020 $\pm$ 0,003 und ändert sich während mehrerer Tage nicht.

Die Kurven B und C der Abb. 3 gelten für die Manganbestimmung mit Piperidin- bzw. Pyrrolidindithiocarbaminat. In diesen beiden Fällen resultieren nur dann längere Zeit beständige Chloroformauszüge, besonders bei der Extraktion des Mangan(III)-pyrrolidindithiocarbaminates, wenn der p_H-Wert der wäßrigen Lösung zwischen 6,0 und 6,6 liegt. Beim Diäthyldithiocarbaminatkomplex wird die Zersetzung erst oberhalb p_H 7 merklich. Wir haben deshalb für alle folgenden Bestimmungen das Natriumdiäthyldithiocarbaminat benutzt.

3. Störungen und ihre Beseitigung.

Die Manganbestimmung kann durch solche Ionen gestört werden, die mit Dithiocarbaminaten gefärbte, in Chloroform lösliche Verbindungen eingehen, vor allem also durch Eisen, Kupfer, Kobalt, Vanadin, Molybdän, Chrom und Uran. Mit Ausnahme von Chrom können alle diese Elemente als Thiocyanatkomplexe mit einem Gemisch von Tetrahydrofuran und Äther[7] rasch und quantitativ extrahiert werden, ohne daß Manganverluste auftreten. Die in Chloroform gelösten Dithiocarbaminate des Nickels sind bei der von uns benutzten Wellenlänge fast vollständig durchlässig. Bei gleich großen Nickel- und Mangangehalten erhöhen sich die für Mangan zu erwartenden Extinktionen um etwa 5%. Es ist aber ohne weiteres möglich, das Nickel durch Fällung und Extraktion mit Diacetyldioxim und Chloroform quantitativ auszuscheiden. In qualitativen Versuchen fanden wir ferner, daß die Analysenergebnisse auch durch große Überschüsse von Chrom(III)-Ion nicht merklich beeinflußt werden. — Die nachfolgende Tab. 1 enthält die Ergebnisse der Manganbestimmung in Standardlösungen nach vorhergehender Abtrennung großer Eisenmengen. In der Tab. 2 sind Werte aufgeführt, die wir bei der Analyse von Stählen mit bekannten Mangangehalten gefunden haben. Sämtliche Bestimmungen wurden unter routinemäßigen Bedingungen ausgeführt.

Tabelle 1.

Manganbestimmung in Standardlösungen nach Abtrennung von Eisen.

Nr.	vorgelegt		Vol. d. $CHCl_3$-Extr. (ml)	gefunden			Differenz	
	$\mu g\ Mn^{2+}$	mg Fe^{3+}		E_{578} mμ d = 2,000 cm	C_{Mn} (μg/ml)	μg Mn	μg Mn	%
1	50,0	50,0	25,0	0,154	1,95	48,75	— 1,25	— 2,5
2	50,0	50,0	25,0	0,157	1,99	49,75	— 0,25	— 0,5
3	50,0	50,0	25,0	0,152	1,93	48,25	— 1,75	— 3,5
4	50,0	50,0	25,0	0,158	2,00	50,0	—	—
5	50,0	50,0	25,0	0,154	1,95	48,75	— 1,25	— 2,5
6	50,0	50,0	25,0	0,152	1,93	48,25	— 1,75	— 3,5
7	50,0	50,0	25,0	0,154	1,95	48,75	— 1,25	— 2,5
8	50,0	50,0	25,0	0,153	1,94	48,50	— 1,50	— 3,0
9	50,0	50,0	25,0	0,152	1,93	48,25	— 1,75	— 3,5
10	50,0	50,0	25,0	0,153	1,94	48,50	— 1,50	— 3,0
11	50,0	50,0	25,0	0,154	1,95	48,75	— 1,25	— 2,5
12	50,0	50,0	25,0	0,155	1,97	49,25	— 0,75	— 1,5
13	50,0	50,0	25,0	0,157	1,99	49,75	— 0,25	— 0,5
14	100,0	50,0	25,0	0,325	4,11	102,8	+ 2,8	+ 2,8
15	100,0	50,0	25,0	0,316	4,00	100,0	—	—
16	150,0	50,0	25,0	0,466	5,90	147,5	— 2,5	— 1,7
17	150,0	50,0	25,0	0,476	6,02	150,5	+ 0,5	+ 0,3
18	150,0	50,0	25,0	0,469	5,93	148,2	— 1,8	— 1,2
19	200,0	50,0	25,0	0,630	7,97	199,2	— 0,8	— 0,4
20	200,0	50,0	25,0	0,645	8,16	204,0	+ 4,0	+ 2,0
21	200,0	50,0	25,0	0,622	7,87	193,0	— 7,0	— 3,5
22	200,0	50,0	25,0	0,635	8,04	201,0	+ 1,0	+ 0,5

Tabelle 2. *Manganbestimmung in Rohstählen.*

Bezeichnung Mn-Gehalt	Einwaage (mg)	Vol. d. $CHCl_3$-Extr. (ml)	gefundene Werte			
			E_{578} mμ d = 2,000 cm	C_{Mn} (μg/ml)	μg Mn	% Mn
A						
0,25%	20,0	25	0,177	2,24	56,0	0,28
	20,0	25	0,172	2,18	54,5	0,27
B						
0,61 ± 0,02%	25,0	25	0,485	6,14	153,5	0,614
	25,0	25	0,481	6,09	152,2	0,609
	10,0	25	0,180	2,28	57,0	0,570
	10,0	25	0,190	2,41	60,0	0,600
C						
0,47%	20,0	25	0,304	3,85	96,2	0,48
	20,0	25	0,281	3,56	89,0	0,45
	20,0	25	0,288	3,65	91,2	0,46
	20,0	25	0,285	3,61	90,2	0,45
	20,0	25	0,299	3,78	94,5	0,47

Die Verschiebung der Analysenwerte durch gleichzeitig anwesendes Nickel zeigen die beiden folgenden Beispiele.

Einwaage	Mn-Gehalt		E_{578} mμ		gefunden % Mn
	μg Mn	% Mn	berechnet	gefunden	
10 mg Stahl + 100 μg Ni^{2+}	61,0	0,61	0,193	0,211	0,67
25 mg Stahl + 100 μg Ni	152,5	0,61	0,472	0,508	0,64

Die Tab. 1 und 2 lassen einen systematischen Fehler von etwa — 2% erkennen. Er kommt im wesentlichen durch geringe mechanische Flüssigkeitsverluste bei der Eisenabtrennung zustande und ist unter gleichen Arbeitsbedingungen reproduzierbar. In keinem Falle, selbst bei sehr großen Mangangehalten, wurden merkliche Manganmengen zusammen mit dem Eisen extrahiert. Es erscheint uns deshalb zulässig, die gefundenen Manganwerte um 2% zu erhöhen. Die Berechtigung dieses Verfahrens ergibt sich auch daraus, daß die Steilheit der Eichkurve von 0,079 auf 0,077 absinkt, sobald man die Eichmessungen nach vorhergehender Eisenabtrennung vornimmt.

4. Reagenzien.

Natriumdiäthyldithiocarbaminat p. a.; die 2%ige wäßrige Lösung ist mehrere Tage beständig. — Chloroform, reinst. — Acetatpuffer: 247 g Ammoniumacetat p. a., 109 g Natriumacetat p. a. und 6 ml Eisessig werden zu 1 l gelöst. Der Puffer wird mit 100 ml einer 1%igen Lösung von 8-Oxychinolin in Chloroform ausgeschüttelt. — Ammoniak, konz.: Ammoniak wird aus konzentrierter wäßriger Lösung mit Natronlauge abgetrieben und in einer mit bidestilliertem Wasser beschickten Vorlage aus Polyäthylen aufgefangen. — Alle Reagenzien, außer Chloroform, werden in Polyäthylenflaschen aufbewahrt.

5. Arbeitsvorschrift.

Die Analysensubstanz wird in geeigneter Weise gelöst, die Lösung in einem Meßkolben verdünnt. Man entnimmt zur Manganbestimmung einen aliquoten Anteil, der etwa 15—300 μg Mangan als Mangan(II)-Ion enthalten soll, und überführt ihn in einen Schütteltrichter. Gegebenenfalls entfernt man zunächst Eisen, Kupfer, Kobalt, Vanadin, Molybdän und Uran durch Extraktion ihrer Thiocyanatkomplexe aus etwa 3 n Salzsäure mit einer Mischung von Äther und Tetrahydrofuran, wie wir es bei der Trennung des Aluminiums vom Eisen beschrieben haben[7, 8]. Alle übrigen Kationen — mit Ausnahme von Nickel — stören die Bestimmung des Mangans nicht. Durch Zusatz von Acetatpuffer stellt man nun die Lösung auf etwa p_H 6,5 ein — stark saure Ausgangslösungen werden zuvor mit Ammoniaklösung weitgehend neutralisiert — und gibt dann 10 ml Chloroform und 10 ml Natriumdiäthyldithiocarbaminatlösung in den Schütteltrichter. Nach kurzem Schütteln läßt man die nunmehr braunviolette Chloroformphase von der etwas trüben, wäßrigen Lösung absitzen und in einen Meßkolben von 25 ml fließen. Die wäßrige Phase extrahiert man nach Zusatz von 5 ml der Dithiocarbaminatlösung noch einmal mit 10 ml Chloroform, vereinigt die beiden Auszüge und füllt den Meßkolben bis zur Marke mit Chloroform auf. Die Extinktion E_X der gefärbten Lösung wird bei 578 mμ gegen reines Chloroform gemessen. In der gleichen Weise, jedoch ohne Analysensubstanz, bestimmt man täglich bzw. nach dem Ansetzen frischer Reagenslösungen die mittlere Leerwertextinktion E_L, die zur Korrektur der Meßwerte E_X dient. Aus

den korrigierten Extinktionswerten erhält man die Mangankonzentrationen entweder mit Hilfe einer Eichkurve oder durch folgende Rechnung:

Es ist $$E_{Mn} = E_X - E_L.$$

Die Steilheit der Eichkurve ist $\frac{\Delta E}{\Delta C} = 0{,}0395 \cdot d$ (d = Schichtdicke).

Somit ist $$E_{Mn} = 0{,}0395 \cdot d \cdot C_{Mn}$$

und schließlich $$C_{Mn} = E_{Mn} \cdot \frac{1}{0{,}0395 \cdot d}$$

$$= (E_X - E_L) \cdot 25{,}32 \cdot \frac{1}{d}\ \mu g\ Mn/ml$$

oder bei Verwendung von 2 cm-Küvetten $C_{Mn} = (E_X - E_L) \cdot 12{,}66\ \mu g$ Mn/ml.

Der mittlere Analysenfehler beträgt $\pm$ 2%.

Wir benutzten für unsere Messungen das lichtelektrische Photometer „Eppendorf" von der Firma Netheler u. Hinz, Hamburg, mit Hg-Brenner und Filtern. Die Absorptionsspektren der Abb. 1 und 2 wurden mit dem Spektralphotometer mit Quarzmonochromator der Firma Zeiß, Oberkochen, gemessen.

Zusammenfassung.

Kleine Mengen Mangan können durch Extraktion der innerkomplexen Mangan(III)-dithiocarbaminate mit Chloroform und nachfolgende Photometrierung der braunvioletten Extrakte schnell und genau bestimmt werden. Nur wenige Elemente stören. Sie können vorher durch Extraktion rasch und quantitativ abgetrennt werden.

Literatur.

[1] Bode, H.: Diese Z. **142**, 414 (1954). — [2] Délépine, M.: Bull. Soc. chim. France (4) **3**, 643, 652 (1908); vgl. diese Z. **116**, 315, 316 (1939). — [3] Gleu, K., u. R. Schwab: Angew. Chem. **62**, 320 (1950); vgl. diese Z. **134**, 37 (1951/52). — [4] Gottlieb, A., u. F. Hecht: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **35**, 337 (1950); vgl. diese Z. **134**, 46 (1951/52). — [5] Malissa, H., u. F. F. Miller: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **40**, 63 (1953); vgl. diese Z. **143**, 364 (1954). — [6] Přibil, R., u. E. Hornychová: Collect. czechoslov. chem. Commun. **15**, 456 (1950); vgl. diese Z. **135**, 361 (1952). — [7] Specker, H., M. Kuchtner u. H. Hartkamp: Diese Z. **142**, 166 (1954). — [8] Specker, H., u. H. Hartkamp: Diese Z. **140**, 353 (1953).

Privatdozent Dr. Hermann Specker, Dortmund-Aplerbeck, Marsbruchstr. 186.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagenzien.

Literatur. H. Ulich †: *Kurzes Lehrbuch der physikalischen Chemie*; neu bearbeitet von W. Jost. 6. und 7. Aufl. XVI, 343 Seiten mit 103 Abbildungen. Verlag Dr. Dietrich Steinkopff, Darmstadt 1954. Preis geb. DM 18.—.

Das von W. Jost neu bearbeitete Werk ähnelt in seinem Aufbau den früheren Auflagen[1]. In der neuen Auflage werden die ersten 2 Hauptsätze der Thermo-

[1] Vgl. diese Z. **129**, 267 (1949).

dynamik etwas ausführlicher behandelt und viele Bezeichnungsweisen vereinfacht, was den Wert des Buches noch wesentlich erhöht.

L. Pauling: *General Chemistry.* Eine Einführung in die beschreibende Chemie und die moderne chemische Theorie. 2. Aufl. XII, 710 Seiten mit 193 Abbildungen. Verlag W. H. Freeman and Company, San Francisco 1953. Preis geb. $ 6.—.

Der Verfasser entwickelt eine allgemeine Chemie auf breitester Grundlage, indem er Gebiete über Natur und Eigenschaften der Materie, über die Atome, Moleküle, Kristalle, die Elemente, das Periodische System, die Elektrochemie, das chemische Gleichgewicht, die Kernchemie, weite Teile der angewandten Chemie und benachbarter Wissenschaften beschreibt. Die von R. Hayward entworfenen Abbildungen erscheinen zum Teil primitiv, sind aber sehr anschaulich und aufschlußreich. Das Buch kann als Nachschlagewerk und Lehrbuch sehr empfohlen werden.

H. Kruhme: *Rechnen im Labor. Fachrechnen im Chemielaboratorium und Chemiebetrieb.* Unter Mitarbeit von G. Pohl. Din C 5, 144 Seiten mit 60 Abbildungen. Georg Westermann-Verlag, Braunschweig-Berlin-Hamburg-München-Kiel-Darmstadt 1954; Preis: Halbleinen DM 8.20 (Best.-Nr. 1592).

Das vorliegende Bändchen gibt in gedrängter Folge Anleitungen zu einfachen Rechenbeispielen im chemischen Laboratorium. Es ist auf die Rechnungsarten zugeschnitten, die der Chemiewerker, Laborant oder Chemiefacharbeiter benötigt.

Auffällig ist jedoch die Schreibweise der Beispiele Nr. 168 –172 auf den Seiten 137 und 138. Man liest dort unter anderem: $3{,}14^2 = 2 \log 3{,}14$ anstatt: $\log 3{,}14^2 = 2 \log 3{,}14$. Das Fortlassen des Zeichens: log wird gerade für den Anfänger sinnverwirrend sein! Es ist zu hoffen, daß dieser Fehler in einer neuen Auflage beseitigt wird.

H. Fiedler: *Chemisches Rechnen auf elementarer Grundlage in Form einer Aufgabensammlung.* Zahlreiche Übungsbeispiele. 400 Aufgaben mit entwickeltem Lösungsgang einschließlich der Lösung. Din C 5, 320 Seiten mit 22 Abbildungen. Fachbuchverlag G. m. b. H., Leipzig 1953. Preis Hlw. DM 9.50.

An sehr einfachen Übungsbeispielen wird der Benutzer mit den Rechenverfahren des Laboratoriums vertraut gemacht. Jedoch bemerkt der Leser z. B. auf Seite 11, daß manche Ergebnisse mit einer übertrieben großen Genauigkeit angegeben werden, obwohl die zugrunde liegenden Konstanten als abgerundete Zahlen durchaus nicht diese Genauigkeit rechtfertigen. Man kann nicht mit $\pi = 3{,}14$ etwa ein Kugelvolumen als 523,33 cm^3 ausrechnen, da man bei Anwendung der besseren Näherung $\pi = 3{,}1416$ bereits 523,6 cm^3 als Kugelvolumen in dem angegebenen Beispiel finden würde. Auf S. 215 ist der Gehalt einer 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung auf 7 Dezimalstellen genau angegeben (32,4449928 g $Na_2S_2O_3$)! Ähnliches wiederholt sich an anderen Stellen. Das sollte vermieden werden, da der Anfänger dadurch ganz falsche Vorstellungen über die Genauigkeit der Verfahren erhalten muß.

W. Finkelnburg: *Einführung in die Atomphysik.* 3. umgearbeitete und erweiterte Aufl. XI, 543 Seiten mit 266 Abbildungen. Springer-Verlag Berlin-Göttingen-Heidelberg 1954. Preis DM 44.40.

Vom Verfasser wird besonders den Studierenden der Physik ein außerordentlich klares Werk der Atomphysik zur Verfügung gestellt. Nach einer kurzen Einleitung als I. Abschnitt werden die folgenden Abschnitte deutlich unterschieden: II. Atome, Ionen, Elektronen, Atomkerne, Photonen; III. Atomspektren und Atombau; IV. quantenmechanische Atomtheorie; V. Physik der Atomkerne; VI. Physik der Moleküle und VII. Festkörper-Atomphysik. — Das Werk ist für den Physiker und Physikochemiker unentbehrlich, da es in allen Einzelheiten dem modernsten Stand der Atomforschung entspricht.

K. Bechert und C. Gerthsen: *Atomphysik.* Sammlung Göschen Band 1123/1123a, III. Bd., 1. Teil, 3. Aufl., 148 Seiten mit 16 Abbildungen, und Band 1165/1165a, IV. Bd., 2. Teil, 3. Aufl., 170 Seiten mit 14 Abbildungen, von K. Bechert. Verlag Walter de Gruyter & Co., Berlin 1954. Preis geh. je DM 4.80.

K. Bechert versucht im ersten Teil seiner Bändchen über Atomphysik dem Leser die Begriffe der Unschärferelationen, des Korrespondenzprinzips, der Quanten- und Wellenmechanik klarzumachen, um schließlich die Energiezustände des Wasserstoffatoms zu erfassen.

Der zweite Teil der Atomphysik behandelt die Problemstellung für Atome mit 2 Elektronen, also für das Helium-Atom, das Lithium- und Beryllium-Ion. Nach der rechnerischen Behandlung des Eigendrehimpulses atomarer Teilchen und des Elektronenspins in der Wellenmechanik versucht der Verfasser, die Energiezustände des Moleküls und die van der Waalsschen Kräfte darzustellen. Zum Schluß wird die neuere Theorie von Dirac über das Elektron erörtert.

Nur derjenige Chemiker, der die Funktionentheorie und die Vektoranalysis völlig beherrscht, wird wirklichen Nutzen aus diesen Bändchen ziehen. O. Fuchs.

Polarographie. V. Cieleszky[1] berichtet über *das Entstehen der Polarographie*, die Grundlagen des Verfahrens und seine vielseitige Anwendbarkeit bei der Bestimmung von kleinen Mengen anorganischer und organischer Stoffe. J. Plank.

In einer umfassenden Übersicht (177 Zitate) *über die neuesten Ergebnisse zur Theorie des Polarogramms organischer Verbindungen* werden von H. J. Gardner

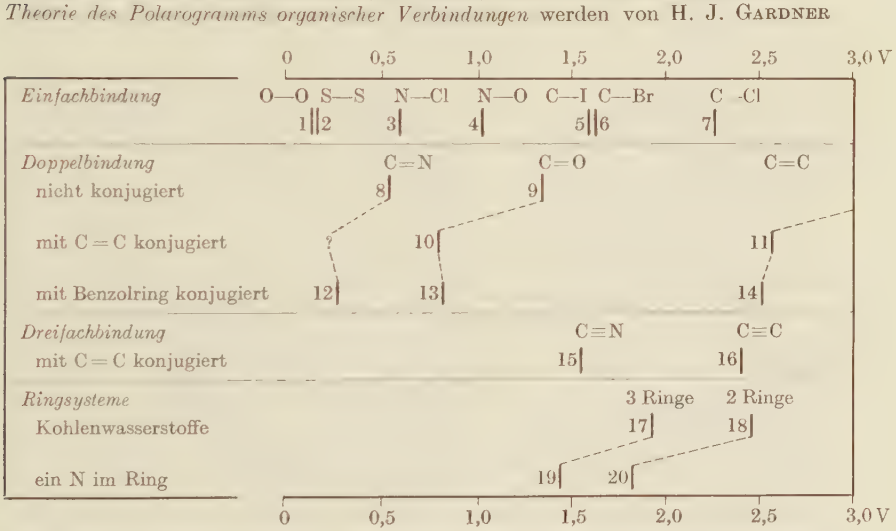

Abb. 1. Halbstufenpotentiale in Abhängigkeit von der Molekularstruktur nach Gardner und Lyons. Die Ziffern bezeichnen: *1* Diäthylperoxyd. *2* oxyd. Glutathion. *3* Chloramin. *4* Hydroxylamin. *5* Methyljodid. *6* Methylbromid. *7* Methylchlorid. *8* Acetaldehydimin. *9* Acetaldehyd. *10* Crotonaldehyd. *11* Butadien. *12* Benzaldehydimin. *13* Benzaldehyd. *14* Styrol. *15* Acrylnitril. *16* Vinylacetylen. *17* Anthracen. *18* Naphthalin. *19* Acridin ($p_H > 12$). *20* Chinolincarbonsäure-8 ($p_H > 12$).

und L. E. Lyons[2] mit besonderer Ausführlichkeit die auf der Anwendung des Fickschen Gesetzes aufgebauten Überlegungen von N. Tanaka und R. Tama-

[1] Magyar Kémikusok Lapja **9**, 19—25 (1954) [Ungarisch]. Verpflegungswiss. Inst. Budapest.

[2] Rev. pure appl. Chem. **3**, 134—178 (1953). Univ. Sidney (Australien).

MUSHI[1] generell und an verschiedenen Beispielen referierend diskutiert. In gleicher Weise werden die Ergebnisse zur Theorie von J. KOUTECKY und R. BRDIČKA[2] sowie von P. DELAHAY und G. L. STIEHL[3] wiedergegeben, mit denen, von der Strömung an der Elektrodenoberfläche ausgehend, eine exaktere Behandlung des Problems gelingt. Die Abhängigkeit der Stufenhöhe reversibler, irreversibler, katalytischer Stufen und von Adsorptionsstufen von der Konzentration, von der Temperatur, von der Höhe der Hg-Säule, vom p_H-Wert von der Zeit und vom Lösungsmittel, sowie die Abhängigkeit des Halbstufenpotentials von der Konzentration, von der Temperatur, von der Zeit, vom Lösungsmittel, vom Elektrolytzusatz, vom p_H-Wert und schließlich von der Struktur des Depolarisators sind im einzelnen behandelt, und ihre quantitative Angabe aus den Theorien wird erläutert. Einen großen Raum nimmt die Diskussion der Abhängigkeit des Halbstufenpotentials von der Molekularstruktur ein, die übersichtlich in der Abb. 1 wiedergegeben sei, da auf eine eingehendere Besprechung dieses auch für den Analytiker wichtigen Zusammenhangs an dieser Stelle verzichtet werden muß. Auch der Einfluß der Cis-Trans-Isomerie, der Keto-Enol-Tautomerie und die Verschiebung des Halbstufenpotentials durch Einführung von Substituenten sind erörtert. Die Übersicht enthält darüber hinaus eine interessante tabellarische Zusammenstellung von aus kinetischen Stufen bestimmten Geschwindigkeitskonstanten und Aktivierungsenergien sowie von Gleichgewichtskonstanten und Dissoziationskonstanten, die polarographisch ermittelt wurden.

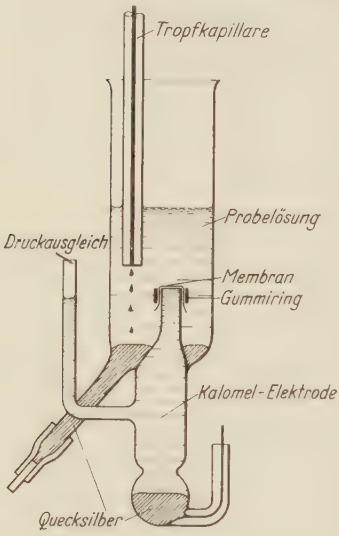

Abb. 2. Polarographiergefäß nach ŠERÁK.

L. ŠERÁK[4] hat ein *Polarographiergefäß mit eingebauter, auswechselbarer Trennungsmembran aus Cellophan* angegeben, bei der das aus der Tropfelektrode zufließende Quecksilber nicht stört, und das die Bezugselektrode mit enthält. Die wesentlichen Teile sind aus Abb. 2 ersichtlich. Zum Einsetzen der 0,025—0,05 mm starken Cellophanmembran wird das Gefäß bis 5 mm über den exzentrisch eingebauten, genau zylindrischen, abgeschliffenen und dann leicht abgeschmolzenen Hals mit Elektrolytlösung der Bezugselektrode gefüllt. Dann wird die Membran in der Elektrolytlösung am Halsende am besten mit einem passenden und vorher auf das sorgfältigste gereinigten Gummischlauchstück aufgelegt. Die überschüssige Elektrolytlösung wird dann abgelassen. Die Cellophanmembran zeichnet sich durch große Beständigkeit und sehr geringen Widerstand aus. In gesättigter Kaliumchloridlösung wurden 100 Ohm gemessen, ein Widerstand, der praktisch auch ohne Membran vorlag. Auch wäßrig-alkoholische Lösungen können in dieser Vorrichtung polarographiert werden.

[1] Proc. Intern. Polarogr. Congr. **1**, 486 (1951). Prag.

[2] Collect. czechoslov. chem. Commun. **12**, 337 (1947). — J. KOUTECKY: Proc. Intern. Polarogr. Congr. **1**, 826 (1951). Prag.

[3] J. Amer. chem. Soc. **74**, 3500 (1952).

[4] Collect. czechoslov. chem. Commun. **18**, 439—441 (1953). Chem. Listy **47**, 86 (1953); Polarograph. Zentr.-Inst., Prag.

D. J. Ferrett und C. S. G. Phillips[1] empfehlen als *Quecksilbertropfcapillaren* Ausschnitte von Pyrex-Glasstäben, die von der Fertigung herrührende und zu Capillarstücken ausgezogene Luftbläschen enthalten. Wird der Glasstab am Ende einer solchen Capillare (in der Regel 5–10 cm lang) abgeschnitten, und wird das andere Ende in der Flamme mit Preßluft aufgeblasen, so daß ein Rohr oder eine weitere Capillare angeschmolzen werden kann, so erhält man zur Polarographie vorzüglich geeignete Capillaren, die erforderlichenfalls noch verengt werden können, und die nach Abschleifen des Auslaufs auch ohne Störungen tropfen. So hatte eine 1,45 cm lange Capillare mit $m = 1{,}783$ mg/sec, bei 25° C in 0,1 n Kaliumchloridlösung eintauchend, bei 60 cm Hg-Druck während fast 3 Jahren Tropfzeiten, die nur zwischen 87,8 und 87,4 sec für 20 Tropfen schwankten.

Ein Ersatz der Quecksilbertropfelektrode durch eine stationäre, elektrolytisch mit Quecksilber bedeckte Platinelektrode war das Ziel neuer Untersuchungen von T. L. Marple und L. B. Rogers[2], in denen sie die Eignung dieser Elektrode bei der *Polarographie von Amalgambildnern (Zn, Cd), von in Quecksilber unlöslichen Substanzen (Co) und von organischen Verbindungen*, vor allem *von m-Dinitrobenzol*, eingehend prüften. Als Elektrode wird ein 0,5 mm langer, 0,69 mm dicker Platindraht verwendet, der in gesättigter Mercurinitratlösung 2 min lang mit 3 V Spannung verquecksilbert wird. Zur Prüfung auf vollständige Bedeckung wird die Elektrode mindestens 2 min als Kathode in gesättigter Kaliumchloridlösung konditioniert; sie darf dann keine Wasserstoffabscheidung zeigen. Andernfalls muß weiter amalgamiert werden. Wird die Elektrode nur 2 min der Luft ausgesetzt, so muß sie von neuem konditioniert, eventuell mit konz. Salpetersäure (heiß) völlig gereinigt und neu amalgamiert werden.

An der stationären Elektrode gemessene Halbstufenpotentiale hängen von der Geschwindigkeit des Spannungsdurchlaufs ab, der von 37–222 mV/min variiert wurde: Bei Zn (10^{-3} m Lösung in 0,1 n Kaliumchloridlösung mit 0,01% Gelatine) wandert $E_{1/2}$ mit steigender Geschwindigkeit zu etwas positiveren Potentialen, im ganzen bis etwa um 10 mV, bei Cd sehr viel deutlicher (maximal 50 mV). Bei höchster Geschwindigkeit stimmt $E_{1/2}$ mit dem an der Tropfelektrode etwa überein. Bei der Co-Bestimmung bewirkt eine filmartige Co-Abscheidung, daß die Quecksilberelektrode sich in eine Co-Elektrode verwandelt. Bei größerer Geschwindigkeit des Spannungsdurchlaufs treten schließlich 2 Stufen auf (bei −0,9 und −1,1 bis −1,2 V), deren zweite sich mit der Geschwindigkeit zu positiveren Werten verschiebt. Die erste entspricht der von R. Brdička[3] beobachteten Reduktionsstufe des $Co(H_2O)_5OH^+$-Ions, die zweite wird üblicherweise an der Tropfelektrode beobachtet. Bei organischen Verbindungen (m-Dinitrobenzol in Phosphatpufferlösung mit 6,5% Äthanol, p_H 8,95) stimmen die Halbstufenpotentiale an der stationären und an der tropfenden Elektrode am besten überein, wenn die Geschwindigkeit des Spannungsdurchlaufs gering ist. Steigert man sie, so wird $E_{1/2}$ etwas negativer.

Die Stufenhöhe ist ebenfalls von der Polarisierungsgeschwindigkeit abhängig, jedoch weniger als die Höhe der den Stufen in der Regel vorgelagerten Maxima, was als Ausdruck der Geschwindigkeit der Elektrodenreaktion gewertet wird. Die Polarogramme sind auf ± 2,3% reproduzierbar. Die Stufenhöhe ist im übrigen auch an der stationären Elektrode der Konzentration linear proportional. Wird gerührt, so steigt der dann auf 4% reproduzierbare Diffusionsstrom bei 600 U/min auf das etwa 4fache an. Die Maxima werden hierbei unterdrückt.

[1] Analyst (London) **78**, 564–565 (1953). Univ. Oxford (England).
[2] Analyt. Chemistry **25**, 1351–1354 (1953). Inst. Technol. Cambridge, Mass. (USA).
[3] Collect. czechoslov. chem. Commun. **3**, 396 (1931).

Der Vorteil der stationären Elektrode liegt in der Beständigkeit und in der Tatsache, daß eine Wasserstoffentwicklung erst bei —1,1 bis —1,4 V auftritt, so daß die Elektrode bis zu dieser Grenze auch in nichtwäßrigen Lösungsmitteln verwendet werden kann, wo die Tropfelektrode bereits zu strömen beginnt.

H. L. Kies und H. Nijon[1] weisen besonders darauf hin, *daß man abgeleitete Polarogramme bequem mit einem Differentialgalvanometer aufnehmen kann*, wenn an 2 Tropfelektroden gearbeitet wird, die mit Hilfe des Mechanismus von L. Airey und A. Smales[2] gleichzeitig abgetickt werden. Die dann meßbare Spitzenhöhe ist jedoch, wie an Bleilösungen belegt wird (in einer Grundlösung die 0,1 Mol KCl und 0,2 Mol KNO_3 im Liter und 0,01% Gelatine enthält; $m = 0{,}1094$ mg sec^{-1}), der Konzentration nicht linear proportional. Das folgt auch aus grundsätzlichen Überlegungen zur Theorie der Stromspannungskurven und unter Berücksichtigung des Spannungsabfalls iR im Element. Die (leider nicht angegebene) Änderungsgeschwindigkeit der anliegenden Spannung beeinflußt die Spitzenhöhe. Sie soll möglichst klein gehalten werden.

Eine elegante Methode zur *Entfernung des bei polarographischen und amperometrischen Bestimmungen störenden Sauerstoffs* haben R. E. Benesch und R. Benesch[3] beschrieben. Sie beobachteten, daß die Enzymkombination Glucoseoxydase und Katalase in wäßrigen Lösungen eine vorzüglich spezifische und schnelle Sauerstoffentfernung gewährleistet, ohne daß z. B. die Cu-, Zn- oder Cd-Analyse gestört wird, wenn Kaliumchlorid als Leitsalz dient (0,1 m) und in gepufferter Lösung gearbeitet wird, am besten zwischen p_H 5 und 8,5 in mindestens 0,05 m Acetat- oder Phosphatpufferlösung. — Die Enzyme werden durch 10 min langes Schütteln eines Adsorbates mit 8 Teilen 0,2 m Phosphat- (p_H 7) oder 0,2 m Acetatpufferlösung (p_H 6) gewonnen. Ein Teil der Lösung reicht für 100 Teile Testlösung. Der Glucosegehalt der Endlösung soll 0,3% betragen, der Stickstoffgehalt entsprechend der Enzymkonzentration beträgt 0,0017% und ist zur Hälfte dialysierbar. Da die Oxydation zu Gluconsäure schneller als die Eindiffusion des Sauerstoffs aus der Luft erfolgt, kann z. B. Glutathion im offenen Becher mit Phenylquecksilberhydroxyd amperometriert werden (bei —0,45 V). Nach jeder Zugabe der Titrierlösung (0,2 ml) stellt sich innerhalb 1 min ein konstanter Diffusionsstrom ein. Allerdings wird bei Reaktionen mit Phenylquecksilber zufolge einer gewissen inaktivierenden Wirkung eine geringe Enzymzugabe (nur 1/3) empfohlen und unter Stickstoffstrom gearbeitet. Eine Beeinflussung der Halbstufenpotentiale wurde in keinem Fall beobachtet. — Die enzymatische Sauerstoffentfernung ist bei Proteinlösungen besonders vorteilhaft anwendbar, so lange der Enzymgehalt höchstens 0,5% der Proteinkonzentration erreicht.

Eine polarographische Anzeige des Kohlendioxydgehaltes beschreibt A. A. Vlček[4]. Wird eine reine 0,3 m Tetramethylammoniumchloridlösung in 99,8%igem Äthylalkohol an der Quecksilbertropfkathode polarographiert, so tritt lediglich eine Stufe bei —2,0 V auf. Wird diese Lösung mit Stickstoff, dem 4% Kohlendioxyd zugemischt sind, 3—4 min durchlüftet und wiederum polarographiert, so stellt sich heraus, daß die Entstehung der genannten Stufe auf einer durch Kohlendioxyd verursachten Wasserstoffentwicklung beruht, da deren Grenzstrom dann dem Kohlendioxydpartialdruck streng proportional ist. Wird gleichzeitig Sauer-

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) 9, 462—466 (1953). Techn. Hochsch., Delft (Holland).

[2] Analyst (London) **75**, 287 (1950).

[3] Science (Lancaster, Pa.) **118**, 447—448 (1953). Univ. Iowa, Iowa City (USA).

[4] Nature (London) **172**, 861—862 (1953). Polarogr. Inst., Akad. d. Wiss., Prag.

stoff hindurch geleitet, so sinkt der Grenzstrom im gleichen Maße wie die Sauerstoffstufen anwachsen, da das entstandene Hydroxyl-Ion zu einer Bildung nicht reduzierbaren Carbonat-Ions führt. Da die Zugabe von Salzsäure (0,015 m) eine Neutralisation des Hydroxyl-Ions bedeutet und dementsprechend auch die Erniedrigung des Grenzstroms aufgehoben wird, und da bei Schwefelsäure in absolutem Alkohol die gleichen Stufen bei —1,5 und —2,0 V beobachtet werden, kann die Reduktion an der Tropfkathode nur auf eine solche der Solvatkomplexe HCO_3^-, H_2CO_3 oder $C_2H_5CO_3$ zurückgeführt werden. K. Cruse.

Eine arbeitsanalytische Studie von polarographischen Reihenuntersuchungen am Beispiel der Bestimmung von Pyrrhotin[1] stellte S. Durović[2] an, mit dem Ziel, ohne Verringerung der Genauigkeit die Arbeitszeit zu verkürzen. Die Berechnungen an Hand der Theorie der Fehleranalyse müssen dem Original entnommen werden. Die sich aus einem erlaubten Fehler durch Rückrechnung ergebenden Einsatzmengen und Volumina führen zu Vereinfachungen der einzelnen Arbeitsoperationen, so daß sich die zur Ausführung der Analyse erforderliche Zeit von 12 auf 6 Std verkürzt, wie aus beigefügten Harmonogrammen ersichtlich ist. H. Freytag.

Coulometrische Analyse. *Ein elektronisches Coulometer* für die coulometrische Analyse beschreiben K. W. Kramer und R. B. Fischer[3]. Mit Hilfe einer im Original genau beschriebenen Schaltung wird durch 2stufige Verstärkung die Strommenge mit einem Zählgerät gemessen, welches auch bei Geiger-Zählrohren Verwendung finden kann. Die Genauigkeit beträgt 1% in bezug auf die gemessene Strommenge, was durch Eichung mit einem Kupfercoulometer ermittelt wurde. K. Brodersen.

Die coulometrische Gehaltsbestimmung von Salzsäure führt J. Badoz-Lambling[4] in einer Apparatur mit konstanter Stromzufuhr und mit getrennten Gefäßen für Anode und Kathode durch, die eingehend beschrieben wird. Unter Benutzung von Bromphenolblau als Indicator kann der Gehalt einer 0,05 n Salzsäure auf 2% genau festgestellt werden. H. Kurtenacker.

K. W. Gardiner und L. B. Rogers[5] haben eine stationäre elektrolytisch mit Quecksilber überzogene Platinelektrode[6] zur *coulometrischen Bestimmung submikroanalytischer Mengen Cadmium und Zink* nach dem Verfahren von S. S. Lord jr., R. C. O'Neill und L. B. Rogers[7] verwendet. — Wird die Elektrode 15—30 min in 0,01 m Mercurinitratlösung elektrolysiert, so entsteht ein über 1 μ dicker Hg-Film, der für eine ausreichende „Empfindlichkeit" der Elektrode erforderlich ist und stets auf vollständige Bedeckung zu prüfen ist. Man gewinnt auf diese Weise eine Elektrode, die nicht allein durch einen besonders niedrigen Grundstrom ausgezeichnet ist (in 0,1 m Natriumperchloratlösung), sondern auch über 2 Monate lang anwendbar ist, wenn nur dafür gesorgt wird, daß kein Potential anliegt, welches eine Hg-Auflösung bewirkt. — Ist die Cd-Probe elektrolytisch (5 min Elektrolyse) auf der Elektrode niedergeschlagen und wird ihre Wiederauf-

[1] Ďurovič, S.: Chem. Listy **47**, 499 (1953); vgl. diese Z. **141**, 439 (1954).

[2] Chem. Listy **47**, 999—1002 (1953) [Slowakisch]. Techn. Hochsch., Prag.

[3] Analyt. Chemistry **26**, 415—416 (1954). Univ. Bloomington, Ind. (USA).

[4] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **9**, 455—461 (1953). École Supérieure de Physique et Chimie Industrielle, Paris.

[5] Analyt. Chemistry **25**, 1393—1397 (1953). Inst. Technol. Cambridge, Mass. (USA).

[6] Vgl. auch Marple, T. L., und L. P. Rogers: Analyt. Chemistry **25**, 1351 (1953); vgl. diese Z. **143**, 435 (1954).

[7] Analyt. Chemistry **24**, 209 (1952); vgl. diese Z. **139**, 429 (1953).

lösung bei einem Spannungsdurchlauf von 20 mV/min verfolgt, so findet bereits beim ersten Durchlauf so gut wie vollständige Auflösung statt. Werden 10^{-3} m Lösungen verwendet, dann beträgt die Ausbeute jedoch nur 80—86%: sie sinkt fast linear auf 16% ab, wenn die Konzentration auf 10^{-5} m erniedrigt wird. Die geringe Ausbeute ist auf eine gleichzeitige Sauerstoffreduktion zurückzuführen und kann zum größten Teil durch längeres Entlüften der Lösungen behoben werden. Die Polarisierungsgeschwindigkeit muß jedoch konstant gehalten werden, da die Ausbeute mit steigender Geschwindigkeit sinkt. — Unter optimalen Bedingungen werden bei einem Cyclus von 5 min Elektrolyse und nachfolgender Auflösung während 40 sec aus 10^{-3} m Lösung $1{,}2 \cdot 10^{-7}$ g Cd auf 3% und aus 10^{-5} m Lösung $1{,}35 \cdot 10^{-9}$ g auf 6,7% genau analysiert. Bei 10^{-10} g liegt die Nachweisgrenze, die Genauigkeit nimmt stark ab. — Bei der Zn-Analyse macht sich eine geringere „Empfindlichkeit" der Elektrode bemerkbar: Während in 10^{-5} m Lösung durch 12 min Elektrolyse bei der Wiederauflösung $2{,}5 \cdot 10^{-5}$ g Cd festgestellt wurden, findet man unter den gleichen Bedingungen bei 10^{-4} m Zn-Lösung nur $4{,}6 \cdot 10^{-10}$ g Zn. Auch diese Werte sind reproduzierbar und analytisch über Eichkurven zur Bestimmung verwendbar, nur muß das Verhältnis von Elektrolysier- und Auflösezeit für jedes zu analysierende Metall-Ion festgestellt sein und konstant gehalten werden. Bei der Zn-Analyse muß daher z. B. auch erheblich länger konditioniert werden (1,5 Std). — Eine Analyse von Zn neben Cd gelingt nur unvollständig, da die Zn-Ausbeute dann stark herabgesetzt ist und die Cd-Auflösung bereits vor Beendigung der Zn-Auflösung beginnt.

Der Wert einer stationären Elektrode aus Platin liegt für coulometrische Messungen vor allem darin, daß keine Alterungserscheinungen auftreten, wie dies bei amalgamierten Silberelektroden der Fall ist, bei denen offenbar anfangs eine Hg-Oberfläche vorliegt, wo sich jedoch mit der Zeit durch Ag-Diffusion eine Silberelektrode ausbildet, so daß die Auflösekurven dann erheblich veränderte Gestalt zeigen.

Über die coulometrische Mikrobestimmung von Thioharnstoff haben M. Nakanishi und H. Kobayashi[1] berichtet. Das Verfahren ist folgendes: Einige ml der Thioharnstofflösung werden eingewogen, eine zu verdünnte Lösung wird erforderlichenfalls vorher auf wenige ml eingeengt, dann wird tropfenweise mit einem geringen Überschuß Silberbromidlösung in Ammoniak versetzt (reinstes und aus Ammoniak umkristallisiertes Silberbromid bis zur Sättigung in konz. Ammoniak gelöst). Ohne das gefällte Silbersulfid abzufiltrieren, wird vorsichtig bei 60—70 C überschüssiges Ammoniak unter Ausschluß von direktem Tageslicht vertrieben. Nach Zusatz von etwa 5 g Kaliumnitrat und Auffüllen auf 50 ml mit zur Stabilisierung mit verdünnter Schwefelsäure angesäuertem Wasser kann dann das durch Thioharnstoff befreite Br^- durch anodisch an einer Silberelektrode entwickeltes Silber coulometriert werden. Die Kathode stellt eine durch Diaphragma getrennte Platinelektrode (6 × 15 mm) in gesättigter Kaliumnitratlösung dar. Der Titrationsendpunkt wird an einer Silberindicatorelektrode festgestellt, die gegen eine gesätt. Kalomelelektrode geschaltet wird. Bei starkem Rühren und nicht zu hoher Stromstärke beträgt der mittlere Fehler bei der Bestimmung von 4 mg Thioharnstoff (mit 10 mAmp) ±0,0076 mg, d. h. etwa 0,2%. Werden nur 0,3 mg titriert, so steigt der Fehler (Elektrolyse mit 0,9 mAmp) auf ±6%. — Auch *Gemische von Thioharnstoff und Ammoniumthiocyanat* können titriert werden. In 90%igem Aceton werden 10 mg Gemisch auf rund 1% genau erfaßt. K. Cruse.

Chromatographie. *Ein registrierendes Refraktometer für die Analyse* farbloser Substanzen, welches mit der hohen Genauigkeit von $3{,}54 \pm 0{,}04 \times 10^{-6}$ Einheiten

[1] Bull. chem. Soc. Japan **26**, 394—396 (1953). Ochanomizu Univ. Tokyo (Japan).

des Brechungsindexes je Skalenteil (0,127 cm) arbeitet, beschreiben N. R. Trenner, Ch. W. Warren und St. L. Jones[1]. Mit dem Instrument ist die Veränderung der Brechungsindices in strömender Flüssigkeit (Eluaten der Chromatographie) meßbar. Es zeichnet automatisch die Abhängigkeit des Brechungsindexes vom Volumen der durchgeflossenen Flüssigkeitsmenge auf. Die Genauigkeit der Massenbestimmung von Acetonlösungen beträgt dabei 56 5 mg je Skalenteil (0,127 cm). Für die meisten organischen Substanzen in Acetonlösung entspricht die Empfindlichkeit der Brechungsindexmessung einem Gehaltsunterschied von etwa 20 μg im ml. Die Messung wird mit einer Differentialrefraktometerzelle ausgeführt. Die Temperatur muß auf 0,01° C im Thermostaten genau gehalten werden. Einzelheiten des Apparates sind im Original angegeben. K. Brodersen.

Zur Bestimmung der Abhängigkeit der Wanderung chromatographischer Zonen von der Temperatur hat L. T. Chang[2] Messungen der R-Werte für Azobenzol (0,01 m), Oxyazobenzol (0,01 m), Sudan III (0,001 m), 1,4-Dibutyl-aminoanthrachinon (0,0001 m) und p-Aminoazobenzol (0,01 m) an Kieselgel zwischen -50 und +200° C ausgeführt. Die Säule (150 9 mm, 75 mm hoch gestopft) aus Kieselsäure (Merck), die zuvor 1 Std auf 200° C erhitzt war, wird durch Umlaufheizung mit entsprechend hoch erhitztem Mineralöl bzw. einem Alkohol-Trockeneisgemisch auf Temperatur gebracht, die am Thermometer in der Säule kontrolliert wird. Der Heizmantel ist durch einen zweiten (zentrisch) umgeben, der evakuiert ist, der gut nach außen isoliert und die Beobachtung der Zonenwanderung an einer außen angebrachten Skala ermöglicht, ohne daß die Säule beschlägt. — Die Temperaturabhängigkeit der R-Werte ist nicht allein von der chromatographierten Substanz, sondern ebenso eindeutig vom verwendeten Lösungsmittel als Entwickler abhängig. Die sehr differenzierten Ergebnisse lassen sich zwanglos deuten, wenn unterstellt wird, daß für die Adsorption die Wasserstoffbindung entscheidend ist. So steigt die Beweglichkeit der Zonen aller Substanzen bei Entwickeln mit Diphenyläther, der nur wenig zur Wasserstoffbindung neigt, mit der Temperatur an, und R für Azobenzol, das nur schwach adsorbiert wird, erreicht bereits bei etwa 100° C den Wert 1, für das mäßig adsorbierte Sudan III erst bei etwa 150° C. Oxyazobenzol wird stark adsorbiert, da die Hydroxylgruppe zu erheblich stärkerer Wasserstoffbindung führt als die Azogruppe, und folglich ist R selbst bei 200° C erst 0,63. Auch die Temperaturabhängigkeit der Zonenlänge kann auf diese Weise veranschaulicht werden, es müssen nur die Wechselkräfte zwischen Adsorbens und Adsorptiv einerseits bzw. Lösungsmittel andererseits, aber auch die Kräfte zwischen Adsorptiv und Lösungsmittel berücksichtigt werden. Dann wird auch verständlich, daß z. B. Sudan III und Aminoazobenzol mit n-Butyläther als Entwickler temperaturunabhängige R-Werte besitzen, daß R von Oxyazobenzol und Dibutyl-aminoanthrachinon aber mit steigender Temperatur sogar fällt und daß ähnliche Ergebnisse mit Oxyazobenzol bei Isopropyläther als Entwickler erhalten werden.
K. Cruse.

Eine Apparatur zur Verminderung des Verdampfungsfehlers in der volumetrischen Fraktionschromatographie beschreiben Ch. Mader und G. Mader jr.[3]. Sie benutzen dazu den in Abb. 1 (S. 440) dargestellten Pipettenschalter nach R. A. Grant und S. R. Stitch[4], auf den die Säule gesetzt wird. Der seitliche Stutzen wird mit einer Saugflasche verbunden, in der sich das Lösungsmittel befindet, so daß der Raum

[1] Analyt. Chemistry **25**, 1685–1690 (1953). Merck & Co., Inc., Rahway, N. J.
[2] Analyt. Chemistry **25**, 1235–1237 (1953). Univ. Baton Rouge, La. (USA).
[3] Analyt. Chemistry **25**, 1556—1557 (1953). Oklahoma A. a. M. Coll., Stillwater and Dewey, Okla. (USA).
[4] Chem. and Ind. **1951**, 230.

stets mit Lösungsmitteldampf gefüllt ist. Messung und Kontrolle geschieht durch den statischen Druck der Flüssigkeit in der Säule. Oft ist die Berührung des Eluierungsmittels mit dem Quecksilber nicht erwünscht, dann benutzt man zweckmäßig den Schalter nach A. R. GIBSON[1], wie er in Abb. 2 dargestellt ist. Die Messung und Kontrolle erfolgt hier durch Kapazitätsänderung. Zur Erhöhung der

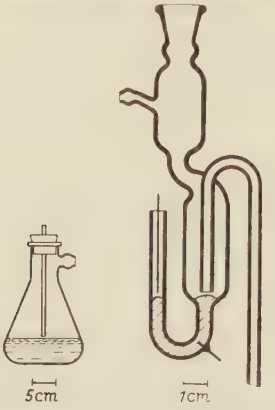

Abb. 1. Quecksilber-Pipettenschalter nach GRANT und STITCH.

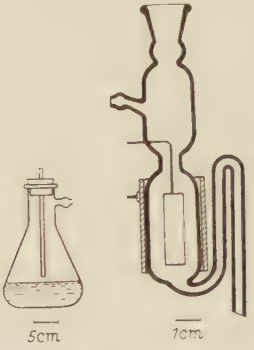

Abb. 2. Pipettenschalter nach GIBSON.

Empfindlichkeit wird an Stelle des einfachen Drahtes eine Kupfer- oder Platinfolie als Innenelektrode benutzt. Ein Schaltschema des dazugehörigen elektronischen Verstärkers ist in der Originalarbeit wiedergegeben. Die Anwendung dieser Methode wird in der angeführten Literatur näher beschrieben. H. POHL.

Die Anwendung der Fällungschromatographie in der qualitativen Halbmikroanalyse wird von A. I. KOMLEV und L. I. CIMBALISTA[2] beschrieben. Die besten Ergebnisse werden erzielt mit Al_2O_3 als Trägersubstanz. *Der Nachweis von* Cl^--, Br^-- *und* J^-*-Ionen* erfolgt in trockener Kolonne mit Silbernitrat oder -sulfat als Fällungsmittel. *Der Nachweis von Bi, Cu, Cd, Sn, Sb*^{III}, *Ag, Hg*^{I} *und Pb* erfolgt in nasser Kolonne mit KJ, Na_2S und $(NH_4)_2S$ als Fällungsmittel. — Man arbeitet mit einem 4—5 cm hohen Glasrohr von 3—4 mm innerem Durchmesser. Zur Herstellung der trockenen Kolonne wird die Trägersubstanz mit dem Fällungsmittel im Verhältnis 9:1 vermischt. Das untere Ende des Rohres wird mit einem Wattepropfen verschlossen, das Gemisch eingefüllt, man gibt dann einige Tropfen dest. Wasser auf und verteilt den Inhalt durch 5—10maliges Aufschlagen der Kolonne gleichmäßig. Bei der Präparierung der nassen Kolonne wird das Rohr nur mit reinem Trägerstoff gefüllt und vor der Chromatographierung mit der Lösung des Fällungsmittels gewaschen. In der fertigen Kolonne wiegt die Schicht 0,1—0,2 g, die Höhe des Arbeitsteiles ist 1 cm. Die verwendeten Lösungen sind 0,01—0,001 n. — Zum Nachweis von Cl-, Br- und J-Ionen nebeneinander läßt man durch die trockene Kolonne (Al_2O_3 + Ag_2SO_4) 3 Tropfen der 1,0—0,0001 n Halogenidlösung fließen, wobei Zonen in der Reihenfolge AgJ, AgBr, AgJ entstehen. Das Chromatogramm wird leicht im Sonnenlicht entwickelt. Nach 5—15 min ist die erste Zone gelb, die zweite blaugrau, die dritte violettgrau gefärbt. Die Zonenlänge ist abhängig von der Ionenmenge in der Lösung. Beim Durchleiten von 3 Tropfen

[1] Chem. and Ind. **1951**, 185.

[2] Ž. anal. Chim. **8**, 217—219 (1953) [Russisch]. Staatl. Univ., Lwow.

0,1 n Halogenidgemisch bilden sich 3 Zonen von je 2 mm Höhe. Die Erfassungsgrenzen liegen für die J-Ionen bei 8 μg (Grenzkonzentration 1:7000), für Chlor- und Brom-Ionen bei 14—15 μg (Grenzkonzentration 1:4000). — *Der Nachweis von Ag, Hg^{I} und Pb* nebeneinander erfolgt in der nassen Kolonne aus Al_2O_3 + KJ. Das Chromatogramm wird entwickelt durch zusätzliches Durchleiten von KJ-Lösung, wobei folgende Zonen entstehen: AgJ (gelb), Hg_2J_2 (grün) und PbJ_2 (gelb). — *Der Nachweis von Bi-, Cd-, Cu-, Sn- und Sb-Ionen* erfolgt in nasser Kolonne von Al_2O_3 mit gesättigter Lösung von Na_2S oder 2,0 n $(NH_4)_2S$-Lösung als Fällungsmittel. Im Fall der Gemische Bi—Cd, Cu—Cd bildet sich beim Durchleiten des Fällungsmittels zunächst eine dunkle Zone von Bi_2S_3 oder CuS, danach eine ungefärbte Zone und zum Schluß eine gelbe Zone von CdS. Beim weiteren Durchleiten des Fällungsmittels verschwindet die ungefärbte Zone, es bildet sich eine dunkle Zone, welche anschließend von einer gelben Zone überlagert wird. Bei der Chromatographierung des Gemisches Cu—Cd wird der Nachweis bei großen Mengen Cu erschwert, das nicht vollständig in der ersten Zone gefällt wird, sondern durch die ganze Kolonne läuft und diese schwarz färbt. Die CdS-Zone ist deutlich sichtbar, wenn das Verhältnis von Cd : Cu nicht höher als 1:4 ist. Beim Gemisch Sn – Sb entstehen eine obere braune Zone von SnS und eine untere von orange gefärbtem Sb_2S_3. Als eine Unzulänglichkeit der Kolonne mit Sulfidfällungsmittel erweist sich die schnelle Zersetzung des Chromatogramms durch H_2S, welcher unter der Einwirkung der sauren Kationenlösungen entsteht. — Die Verwendung von künstlichen Harzen als Trägersubstanzen, z. B. die Anionite TN und MMG-1, erhält man ähnliche Chromatogramme. — Ein Nachteil der Anionite ist ihre Quellung, welche zur Zerstörung der Chromatogramme führt.

Zur Bildung gut entwickelter Chromatogramme in der qualitativen Analyse erweisen sich nach K. M. Olšanova und K. V. Čmutov[1] als beste Adsorbenten: für Kationen der 5. Gruppe — Al_2O_3 und Suifunit 55, 124, 127; für die Kationen der 4., 3. und 2. Gruppe — Al_2O_3, Permutit und Suifunit; für Anionen der 1., 2. und 3. Gruppe — Al_2O_3 und Anionit HO. Die Trennung der Kationen der ersten Gruppe ist auf den angeführten Adsorbenten nicht möglich, da das Kation Na^+ in die Zusammensetzung der letzteren eingeht. Aus diesem Grunde wurden auf diesen Adsorbenten nur die Kationen K^+ und NH_4^+ untersucht; Na^+ wurde im ersten Tropfen des Filtrates nachgewiesen. Zur Trennung der Anionen dienen Al_2O_3, oder die Anionite NO, MMG-1 oder TN. Bleicherde, Talk, Kreide sind nicht brauchbar. — Man arbeitet mit einer 10 cm langen und 0,5—0,6 cm weiten Chromatographierungskolonne, welche bis zur Hälfte mit den gut dichten Adsorbenten gefüllt wird. Die zu untersuchende Lösung von 2 Salzen wird mit einer Geschwindigkeit von 200 ml/Std durch die Kolonne geleitet. Das Filtrat wird gesammelt und auf die zu bestimmenden Ionen untersucht. Die Ergebnisse der durchgeführten Versuche sind im Original in Tabellen zusammengefaßt. A. Trofimow.

Eine neue Methode zur chromatographischen Trennung anorganischer Kationen durch Fällung in Gelen arbeiteten M. Milone und G. Cetini[2] aus. Es werden Gele mit am besten 2 – 3% *Gelatine* oder *Agar-Agar* in verschiedenen Konzentrationen hergestellt, die, wie die Versuche ergaben, zweckmäßig 0,8—1,2% *Natriumtetraborat*, 1,5% *Kaliumpyroantimonat*, 1,5% *Dinatriumhydrogenphosphat*, 1,5% *Natriumsilikat*, 1% *Natriumaluminat* als Fällungsmittel enthalten, in Reagensgläsern hergestellt. 24 Std nach dem Erstarren bringt man auf die Gelsäulen 0,5 ml Prüflösung, die bezüglich der Kationen (als Nitrate) eine Molarität von 0,1—0,5 aufweisen. Zur Ausschaltung von Temperatureinflüssen stellt man die Reagensgläser in den

[1] Ž. anal. Chim. **8**, 211—216 (1953) [Russisch]. Inst. physik. Chem., Moskau.

[2] Ann. Chimica **43**, 648—651 (1953). Univ. Turin (Italien).

Thermostaten. Fe^{III}- und Hg^{I}-Ionen, die nach anderen Methoden untrennbar sind, lassen sich mit einer Tetraborat enthaltenden Gelatinesäule trennen, ebenso Cd- und Co-Ionen. Andererseits läßt sich die Trennung von Al Cr und Ni/Mn, die papierchromatographisch mehr oder weniger leicht zu trennen sind, durch die Gelatinesäule nicht erreichen. Die näheren Untersuchungsergebnisse und das Verfahren zur Identifizierung der Kationen werden noch publiziert. H. Freytag.

J. Janák und M. Rusek[1] setzen ihre Arbeiten über die *chromatographische Halbmikroanalyse von Gasen*[2] fort und berichten in der vorliegenden Mitteilung über die chromatographischen Daten von *Methylchlorid*, *Methylbromid*, *Äthylchlorid*, *Vinylchlorid und Trifluorchloräthylen* auf Silicagel B bei 20° und 85° C. Die Gase werden in der früher beschriebenen Art auf der Säule adsorbiert, dann nacheinander mit Hilfe von CO_2 eluiert, über Kalilauge aufgefangen und gemessen. Dabei ist zu berücksichtigen, daß die Gase mehr oder weniger rasch in der Lauge hydrolysieren, wodurch Fehler entstehen können. Bei Methylbromid verläuft die Hydrolyse so schnell, daß es auf diese Art überhaupt nicht bestimmt werden kann. Die Hydrolysegeschwindigkeit nimmt in der Reihenfolge C_2H_5Cl, CH_3Cl, $CH_2 = CHCl$ ab; $CF_2 = CFCl$ reagiert praktisch gar nicht. Als Anwendungsbeispiele der Methode werden beschrieben die Trennung von CH_3Cl, C_2H_5Cl, Luft, CH_4, C_2H_6 und C_3H_8 voneinander, ferner die Analyse von *rohem Freon* (Gemisch von $CF_2 = CFCl$ und $CFCl = CFCl$). Die hohen Adsorptionsenergien der halogenierten Kohlenwasserstoffe kann man zu ihrer Konzentration auf der Absorptionssäule bei normaler oder erniedrigter Temperatur verwenden.

Über die Bestimmung von Distickstoffoxyd in Gasgemischen mit Hilfe der Chromatographie berichten J. Janák und M. Rusek[3] in einer neuen Arbeit. Die Analyse der N_2O-haltigen Gasgemische wird in der früher beschriebenen Apparatur durchgeführt. Als Adsorbenten dienen Aktivkohle, Körnung B oder Silicagel B bei 20° und 80° C. Der CO_2-Strom hat eine Geschwindigkeit von 0,7 ml sec. In dem chromatographischen Spektrum befindet sich das Distickstoffoxyd auf Aktivkohle B zwischen Methan und Äthan, auf Silicagel B zwischen Äthan und Propan. Man kann in einer 220 mm langen, 5,1 mm weiten Kolonne von Aktivkohle B Distickstoffoxyd quantitativ trennen von H_2, CH_4 und C_2H_6, auf einer gleich großen Kolonne von Silicagel B gelingt die Trennung N_2O-C_2O_6 nicht. Die angegebene Methode kann zur schnellen analytischen Kontrolle der Erzeugung von N_2O dienen, sowie zur Analyse von Gasgemischen, die N_2O (z. B. neben N_2) enthalten. H. Kurtenacker.

J. Janák[4] beschreibt *die chromatographische Halbmikroanalyse von Edelgasen*. Es ist so erstmals leicht, *Helium* und *Neon* sowie *Argon*, *Krypton* und *Xenon* zu trennen. 1—2 m Gasgemisch lassen sich binnen 5—20 min, häufig ohne vorangehende chemische Abtrennung von Sauerstoff und Stickstoff, analysieren. Als Adsorptionsmittel dient bei 20° C Aktivkohle B, die in einer Menge von 25,0 ml in eine 575 mm lange Säule von 7,5 mm lichter Weite eingefüllt wird. Zur Beschleunigung der Analyse und Vermeidung zu starker Ausbreitung der Xenon-Zone bedient man sich des Prinzips der thermischen Desorption, vom Verf. bereits früher beschrieben[5]. Man beginnt mit dem Erhitzen auf 80° C nach (der 6. min) dem Austritt von Krypton aus der Säule mit der Geschwindigkeit von 3 cm min. Die zur Kon-

[1] Chem. Listy **48**, 207—211 (1954) [Tschechisch]. Naphthaforschungsanst. Brünn.
[2] Vgl. diese Z. **142**, 453—455 (1954).
[3] Chem. Listy **48**, 397—400 (1954) [Tschechisch].
[4] Chem. Listy **47**, 1348—1353 (1953) [Tschechisch].
[5] Vgl. diese Z. **142**, 453—455 (1954).

trolle ausgerechneten Zeiten t_{max} betragen für Neon 45 sec, Argon 1 min 34 sec, Krypton 4 min 36 sec und Xenon 27 min 48 sec. Die gefundenen Werte schwankten bei Neon von 42 sec bis 52 sec, bei Argon von 1 min 30 sec bis 1 min 50 sec und bei Krypton von 4 min 20 sec bis 4 min 55 sec. Die Geschwindigkeit des entwickelnden Kohlendioxyds betrug 0,7 ml/min. Die neue Methode erfordert nur 10—25 ml Gasprobe. Die gesamte Analyse dauert etwa 20 min. Die ermittelten Werte für den Kryptongehalt sind auf 0,02 bis 0,03% genau. Wie schon aus früheren Arbeiten[1] hervorgeht, ist es unter gegebenen Bedingungen nicht möglich, Wasserstoff von Helium und Neon bzw. Stickstoff und Sauerstoff von Argon zu trennen. In diesen Fällen ist die Kombination mit chemischen Trennungsmethoden notwendig. H. Freytag.

p_H-Messungen. *Über die Eignung der Molybdänelektrode* stellten I. M. Issa und H. Khalifa[2] Versuche an. Es ergab sich, daß polierte Elektroden in durchlüfteten Lösungen Potentiale liefern, die sich mit der Zeit nur unwesentlich ändern. Im p_H-Bereich 2—11 besteht eine lineare Beziehung zwischen p_H-Wert und Potential. In diesem Bereich kann die Elektrode also zur p_H-Messung angewandt werden. Acidimetrische Titrationen in durchlüfteten oder sauerstofffreien Lösungen kann man sowohl mit polierten als auch mit gealterten Elektroden durchführen und erhält die gleichen Titrationskurven wie mit den gebräuchlichen Elektroden. A. Kurtenacker.

Hinweise für die praktische, einfach durchzuführende p_H-Messung gibt C. Kalauch[3]. Es wird über die Anwendbarkeit und die experimentellen Besonderheiten der Wasserstoff-, Chinhydron-, Antimon-, Wismut- und Glaselektrode berichtet, sowie über die Bezugselektroden und die Herstellung einiger Pufferlösungen. Die historische Übersicht enthält Hinweise auf 24 Literaturstellen. Barbara Grüttner.

Das „Bleistift-Colorimeter" zur p_H-Bestimmung, auf das bereits früher hingewiesen wurde[4], wird von E. S. Chorošaja und A. A. Avilov[5] von neuem beschrieben. A. Trofimow.

Für eine korrekte Darstellung der p_H-Werte tritt F. L. Hahn[6] ein. Wenn man sich an Stelle des Symbols H^+ des richtigeren H_3O^+ bedient, werden alle weiteren Entwicklungen vereinfacht. Es treten dann an Stelle von neun Formeln, nämlich: Säuren, Basen, Salze schwacher Säuren und Basen, mittlere Salze mehrwertiger Säuren und mehrwertiger Basen, Puffermischungen aus Säure und Salz, solche aus Basen und Salz und Salze schwacher Säuren und schwacher Basen, nur vier klarere und einprägsamere. An Stelle von vier Gleichgewichten mit vier verschiedenen tritt ein einzelnes Gleichgewicht mit einer Konstanten: ein Acidoid/Basoid-System. Es verbleiben nur drei Klassen von reinen Stoffen: Acidoide, Basoide und Ampholyte mit nur drei Formeln zur Berechnung der p_H-Werte reiner Stoffe und eine vierte für die Puffermischungen. Acidoid ist in einem bestimmten System die Partikel, welche Protonen abgibt, Basoid ist die, welche solche aufnimmt. Acidoid/Basoid- oder Basacid-Systeme stehen in enger

[1] Vgl. diese Z. **142**, 453—455 (1954).

[2] Anal. chim. acta (Amsterdam) **10**, 567—574 (1954). Univ. Kairo, Ägypten.

[3] Pharmazie **9**, 5—10 (1954). Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **93**, 213—222 (1954). Forschungsinst. für chem. Technologie Meinsberg b. Waldheim.

[4] Vgl. diese Z. **130**, 62 (1949/50).

[5] Zavodskaja Laborat. (Betriebslab.) **1950**, H. 9, 1128—1129 [Russisch].

[6] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **8**, 297—309 (1953). México 6, Xiza 64 (México).

Beziehung zu den Redox-Systemen. Die Summengleichung enthält keine freien Protonen, und es folgt aus ihr eine Formel für die Gleichgewichtskonstante, welche in Zähler und in Nenner nur die Konzentrationen der vier Komponenten enthält. Die Lösungen der reinen Stoffe sind schwach, ihre Mischungen stark gepuffert, die Ampholyte stehen in Mittelstellung. Dies gilt für wäßrige und nichtwäßrige Lösungen. — Aus einer sehr einfachen Formel folgt, daß die normalen Lösungen von z. B. Essigsäure und Acetat, Borsäure und Borat, Ammoniak und Ammoniumchlorid um 7 Einheiten in ihren p_H-Werten differieren. Bei 0,1 n Lösungen sind es 6 usw. In einfacher Berechnung folgen die End-p_H-Werte der Titration auf Basoid und Acidoid. Die Umschlagsschärfe ist der Pufferung und damit der Kennkonzentration[1] umgekehrt proportional. Für $p_K < 7$ ist das Acidoid und für $p_K > 7$ das Basoid genauer zu titrieren, bei Ampholyten kann man auf manche mittleren Salze mehrbasischer Säuren recht gut, auf andere überhaupt nicht titrieren, da hier der Fehler zu groß wird. Für die Indicatoren kommt die bisherige Unterscheidung nach Indicatorsäuren und -basen in Wegfall. Ob im Umschlag eine Säure in ihr Anion oder ein Kation in die Base übergeht, ist für die Lage des Umschlags, die mit der Farbänderung verbundene strukturelle Umwandlung, ohne Belang.

J. Eeckhout[2] weist gegenüber F. L. Hahn[3] auf seine früher[4] aufgestellte allgemeine Formel für die Berechnung der Wasserstoff-Ionenkonzentration von Salzlösungen hin. Danach brauchten für die einzelnen Salztypen nicht besondere Formeln aufgestellt zu werden, wie dies von Hahn[5] befürwortet wird. Die beiden gegensätzlichen Darstellungen werden nochmals einander gegenübergestellt, und es werden zur Stützung der vom Verf. abgeleiteten Formel verschiedene Anwendungen angeführt. Auch bezüglich der Methode der wiederholten Annäherungen bestehen keine Schwierigkeiten, solange es sich um Säuren oder Basen handelt, wohl aber für Ampholyte. Sie kann beibehalten werden, und es gibt zahlreiche Lösungen, für welche die von Hahn vorbehaltenen einfachen Beziehungen nicht angewandt werden können. Die allgemeine Gleichung führt immer zu genauen Resultaten, und jede zulässige Annäherung kann, wenn gewünscht, angewendet werden. Am Beispiel einer 0,01 m $NaHSO_4$-Lösung werden die Unterschiede zwischen den Berechnungen nach Hahn und denjenigen des Verf. dargelegt. Bei der Messung der Potentialdifferenzen zwischen einer 0,1 m Na_2SO_4- und einer KCl-Lösung gleicher ionaler Stärke ergab sich ein p_H-Wert von 0,47, so daß Na_2SO_4 kaum als ein neutrales Salz bezeichnet werden kann. A. Schleicher.

Einen Apparat zur kontinuierlichen Bestimmung und Registrierung von Redoxpotential- und p_H-Änderungen in Gefäßen, die unter wechselndem Gasdruck stehen, beschreiben K. Wight und D. Burk[6]. Der Apparat ist zum Studium einer großen Zahl von biochemischen Reaktionen geeignet, z. B. der *Glykolyse, Atmung, Melaninbildung in Tumoren, Geweben oder Homogenaten, der Bildung oder Aufnahme von Gasen (CO_2, H_2, O_2) durch Bacterien oder Algen* usw. Der Apparat ist abgebildet, einige Anwendungsbeispiele sind genauer behandelt. H. Kurtenacker.

---

[1] Vgl. Hahn, F. L.: Anal. chim. Acta **7**, 156 (1952).

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **9**, 197—202 (1953). Univ. Gent (Belg.).

[3] Vgl. das vorstehende Referat.

[4] Eeckhout, J.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **7**, 203 (1952); vgl. diese Z. **141**, 50 (1954).

[5] Hahn, F. L.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **10**, 491—493 (1954), erwidert auf die vorstehenden Ausführungen.

[6] Analyt. Chemistry **26**, 481—484 (1954). National Inst. of Health, Bethesda, Md. (USA).

III. Chemische Analyse organischer Stoffe.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Carbonsäuren. *Für die verteilungschromatographische Trennung der Säuren* entwickelten V. Zbinovsky und R. H. Burris[1] eine neue Arbeitstechnik. Sie besteht darin, daß die organischen Säuren nicht in einem organischen Lösungsmittel, sondern in wäßriger Lösung auf die Kolonne gebracht werden. Dies wird dadurch ermöglicht, daß als Träger der stabilen Phase Kieselsäure verwendet wird, die nicht vollständig mit Wasser gesättigt ist. Die neue Arbeitsweise hat hauptsächlich folgende Vorteile: Das lästige und oft verlustreiche Überführen der Säuren in organische Lösungsmittel wird vermieden. Die organischen Säuren können auch in Form ihrer Natriumsalze in wäßriger Lösung auf die Kolonne gegeben und erst dort durch Ansäuern in Freiheit gesetzt werden. Dadurch werden Verluste leichtflüchtiger Sauren vermieden. Auch solche Verbindungen, die zur Hydratbildung neigen und mit organischen Lösungsmitteln nicht leicht extrahiert werden können, wie z. B. Glyoxylsäure, können getrennt werden. Eine Entwässerung der Kolonne ist nicht möglich. Die Einzelheiten der Arbeitsvorschrift, die genau befolgt werden muß und deren Ausführung eine gewisse Geschicklichkeit erfordert, mögen dem Original entnommen werden. H. Sperlich.

Ein papierchromatographisches Verfahren zur Identifizierung und Bestimmung der niedrigen geradkettigen Fettsäuren (C_2—C_6) wird von R. E. B. Duncan und J. W. Porteous[2] beschrieben. Die Chromatographie erfolgt mit n-Butanol und Ammoniak, besprüht wird mit einer Mischung von Methylrot und Bromthymolblau in Formalin; es können 5—80 μg jeder Säure bestimmt werden. Es wurden hauptsächlich die flüchtigen Fettsäuren, die bei der Grasgärung und beim Stoffwechsel von Actinomyces Israeli entstehen, untersucht. Das Sprühreagens setzt sich zusammen aus der Lösung von je 200 mg Methylrot und Bromthymolblau in einer Mischung von 100 ml 40%igem Formalin und 400 ml Äthanol, der 0,1 n NaOH-Lösung bis p_H 5,2 zugesetzt ist. Über Reinigung der anderen Reagenzien und der Testsubstanzen siehe das Original. Als Papier wird Whatman Nr. 54 verwendet, welches mit der Butanolphase eines Systems von Butanol + 1,5 n NH_4OH (1 : 1) gewaschen wird, der man nach der Phasentrennung 5% Äthanol zusetzt. Es wird die aufsteigende Chromatographie verwendet, die bei 18—20° C in 15 Std beendet ist. Die Papiere werden an der Luft getrocknet, solange, bis sich keine Gewichtsänderung mehr einstellt. Zur Farbentwicklung wird des öfteren mit der Farblösung besprüht, dann in Ammoniakdampf entwickelt, bis die optimale Kontrastfärbung (rote Flecken auf grünem Untergrund) erreicht ist. Die Bestimmung der Säuren erfolgt durch Messung der Fleckengröße. Mit Butanol, welches mit 1,5 n NH_4OH gesättigt ist, und gewaschenem Whatman Nr. 54-Papier ergeben sich folgende R_f-Werte (in Klammern): Essigsäure (0,09), Propionsäure (0,15), Buttersäure (0,27), Valeriansäure (0,40), Hexansäure (0,52). Bei quantitativen Analysen wird bei 8—80 μg Säure in 5 μl ein Fehler von 7,5—9% gefunden. Es wird besonders betont, daß durch die beschriebene Anordnung scharf umgrenzte Flecken erzielt werden können. K. Hinsberg.

Eine verteilungschromatograpische Halbmikromethode zur Bestimmung der gesättigten geradkettigen Fettsäuren C_{10}—C_{24} wird von H. J. Nijkamp[3] beschrie-

[1] Analyt. Chemistry **26**, 208—210 (1954). Univ. Madison, Wis. (USA).

[2] Analyst (London) **78**, 641—646 (1953). Univ. Aberdeen (England).

[3] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **10**, 448—458 (1954). Univ. Wageningen (Holland). Eine kurze Beschreibung des Verfahrens findet sich bei H. J. Nijkamp, Nature (London) **172**, 1102—1103 (1953).

ben[1]. Dazu wird ein Silicagel verwendet, das mit einem Indicator (Bromthymolblau) angefärbt ist, so daß die Lage jeder Säure deutlich sichtbar und für jede Säure nur eine Titration nötig ist. Auf einer Kolonne von 400 mg Silicagel können noch 0,0003 Milligrammaquivalente, d. h. weniger als 0,1 mg einer Säure erkannt werden. Als stationäre Phase dient ammoniakalisches Methanol, als mobile Phase Isooctan. Das neue Verfahren zeichnet sich gegenüber einer früher beschriebenen Arbeitsweise des Verf.[2] durch höhere Wasseraufnahmefähigkeit des Silicagels, bessere Trennwirkung, empfindlicheren Farbumschlag und schärfere Banden aus. Auch niedrig molekulare Fettsäuren (C_2 bis C_6) können quantitativ auf einer Kolonne von nur 4—5 cm Länge getrennt werden. Die Einzelheiten der Arbeitsweise mögen dem Original entnommen werden, in dem auch die Herstellung des Silicagels ausführlich beschrieben ist. H. Sperlich.

Ein Verfahren zur analytischen Trennung der Methylester der C_{12}—C_{22}-Fettsäuren durch Chromatographie in der Dampfphase entwickeln F. R. Cropper und A. Heywood[3]. Zur Adsorption dient eine spiralig gewundene Säule von ungefähr 3 Fuß Länge, die mit einer trockenen Mischung von Celit und Vakuumsilicon (Dow Corning High Vacuum Silicone Grease) gefüllt ist. Am Eingang und Ende der Säule befinden sich je 2 Platindrähte, die zu einem Catharometer führen und mit deren Hilfe die Widerstandsänderung gemessen werden kann. Das ganze System steht in einem Eisenzylinder, der bis 300° C erhitzt werden kann. Eine Vakuumpumpe erzeugt ein Vakuum von 2 cm am Ausgang und 40 cm Hg am Eingang der Säule, die mit 8 ml N_2/min durchspült wird. Zum Versuch wird das System auf 230° C erhitzt und mit einer kleinen bekannten Menge Naphthalin beschickt, welches innerhalb 1 min das System durchläuft. Das Naphthalin dient als „innerer Standard". Die Maxima der einzelnen Fettsäuren werden als % der Höhe des Naphthalinmaximums angegeben. Man ist dadurch nicht gezwungen, das Volumen der auf die Säule gegebenen Probe genau zu messen. Werden etwa 0,02 ml *der Methylester von Laurin-, Myristin-, Palmitin-, Stearin-, Arachin- oder Behensäure* mit Hilfe einer Spritze durch eine Gummikappe injiziert, so erreicht das erste Destillat nach 2,5 min den Ausgang der Säule und zwar das Methyllaurat. Der letzte Ester, Methylbehenat, geht nach 45 min über, so daß das Auftreten der einzelnen Ester genau kontrolliert werden kann. Stearin und Ölsäure werden nicht voneinander getrennt. Man bekommt nur eine Fraktion mit sogenannter „scheinbarer Staerinsäure". Diese chromatographische Methode ist schneller und besser als die normale Fraktionierung von Estern, wie an einigen Beispielen gezeigt wird, da bei der Esterdestillation Zersetzungsprodukte auftreten. In scheinbar reinem Methylpalmitat konnten noch 2,5% Myristil- und 2,5% Stearinester nachgewiesen werden. Jeder Versuch dauert nur etwa 40 min. Auch höherwertige Alkohole sind leicht zu trennen. Es wird vorgeschlagen, auch die Methylester von Öl-, Linol- und Linolensäure auf diese Weise zu fraktionieren. K. Hinsberg.

Für die chromatographische Trennung organischer Säuren mit fortschreitend sich verändernden Lösungsmitteln[4] benützt Ch. Mader[5] die in Abb. 1 skizzierte Apparatur. Die Mischkammer M wird mit Chloroform gefüllt, das vorher mit Wasser

[1] Vgl. Nijkamp, H. J.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **5**, 325 (1951); vgl. diese Z. **135**, 125 (1952).

[2] Chem. Weekbl. **45**, 480 (1945).

[3] Nature (Lond.) **172**, 1101–1102 (1953). Imp. Chem. Ind., Blackley, Manch. (Engl.).

[4] Vgl. Donaldson, K. O., V. J. Tulane and L. M. Marshall: Analyt. Chemistry **24**, 185 (1952); Marshall, L. M., K. O. Donaldson and F. Friedberg: Analyt. Chemistry **24**, 773 (1952); vgl. diese Z. **138**, 54 (1953); **140**, 434 (1953).

[5] Analyt. Chemistry **26**, 566—567 (1954). A. & M. College, Stillwater, Okla. (USA).

gewaschen und anschließend destilliert worden war. In der Vorlage U befindet sich über Kaliumcarbonat destilliertes 1-Butanol, in Chloroform gelöst. Die Füllung der Säule besteht aus Kieselsäure nach Mallinckrodt für chromatographische Analyse. Der Mechanismus für die Sammlung der einzelnen Eluierungsfraktionen ist von Ch. Mader und G. Mader jr.[1] beschrieben worden. Im Original entwickelt Verf. die mathematischen Ableitungen für die *Trennung von Aconitsäure, Oxalsäure, Äpfelsäure, Citronensäure und Weinsäure.* K. Söllner.

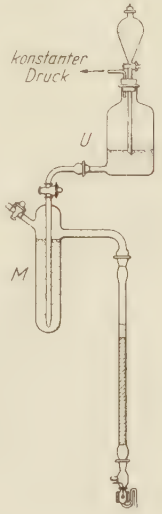

Abb. 1. Apparat zur Chromatographie nach Ch. Mader.

Die Bestimmung von Ameisensäure mittels Reduktion von $HgCl_2$ zu Hg_2Cl_2 wendet J. W. Hopton[2] auf Mengen von 0,1—2,5 mg an. Das gebildete Quecksilber(I)-chlorid wird jodometrisch bestimmt. — *Ausführung.* Zu 5 ml Formiatlösung gibt man 5 ml der Quecksilberreagenslösung (50 ml 0,166 m $HgCl_2$-Lösung, 8 ml 0,5 m Natriumacetatlösung und 3,5 ml 0,5 m Essigsäure mit Wasser zu 100 ml ergänzt). Man erwärmt 30 min im siedenden Wasserbad und gibt nach dem Abkühlen nacheinander unter jeweiligem Umschütteln 2 ml 2 n Salzsäure, 3 ml Kaliumjodidlösung (10 g/100 ml) und 5 ml einer Standardjodlösung, die je nach der Formiatmenge 0,005—0,025 n sein soll, hinzu. Man schüttelt, bis sich der Niederschlag nach der Gleichung

$$Hg_2Cl_2 + J_2 + 2HCl = 2HgCl_2 + 2HJ$$

gelöst hat und titriert das überschüssige Jod mit 0,005 n Thiosulfatlösung zurück, wobei mindestens 2,5 ml Thiosulfatlösung verbraucht werden sollen. Gleichzeitig muß ein Blindversuch mit 5 ml dest. Wasser durchgeführt werden. G. Denk.

Über die Möglichkeit der colorimetrischen Bestimmung des Acetat-Ions auf Grund der Reaktionen mit Jod und seltenen Erden stellten K. Kimura, N. Ikeda und M. Nomura[3] Versuche an. In Übereinstimmung mit J. O. Hutchens und B. M. Kass[4] stellen die Verf. fest, daß die Bestimmung *mit Lanthansalz* gut anwendbar ist. Man versetzt 1 ml der zu untersuchenden Acetatlösung bzw. der Standardlösung (2,226 g $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ im Liter) mit 1 ml Lanthannitratlösung (5 mg La/ml), 1 ml 0,1 n Ammoniaklösung und 1 ml 0,02 n Jod-Jodkaliumlösung und erhitzt die verschlossene Röhre 5 min in siedendem Wasser. Je nach Acetatgehalt entwickelt sich eine gelblichgrüne bis grünblaue Farbe mit dem Absorptionsmaximum bei 610 mμ. Man mißt zweckmäßig bei 660 mμ (Filter S 66), weil bei dieser Wellenlänge der Jodüberschuß kaum stört. Die Farbe der Lösung ist mindestens 24 Std beständig. Das Beersche Gesetz ist im Bereich 60—500 μg Acetat-Ion je 4 ml Lösung erfüllt. Unterhalb dieser Konzentration treten Trübungen auf, oberhalb Abweichungen von dem Gesetz. Außer den von Hutchens und Kass festgestellten Ionen stört Citrat-Ion erheblich. *Praseodym-* oder *Neodymnitrat* an Stelle von Lanthannitrat können ebenfalls zur Acetatbestimmung angewandt werden, doch muß man in diesen Fällen in einem engen p_H-Bereich (etwa 6—7) arbeiten und bedeutend höhere Acetatkonzentrationen anwenden (7—10 mg/ml bei Praseodym, 4—8 mg/ml bei Neodym). In diesen Bereichen gilt auch hier das Beersche Gesetz. A. Schleicher.

[1] Analyt. Chemistry **25**, 1423 (1953).
[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **8**, 429—431 (1953). Univ. Leeds (England).
[3] Bull. chem. Soc. Japan **26**, 119—122 (1953). Univ. Tokyo.
[4] J. biol. Chemistry **177**, 571 (1949); vgl. diese Z. **132**, 319 (1951).

Die papierchromatographische Bestimmung von Oxal-, Äpfel-, Bernstein-, Malein-, Fumar-, Malon-, Milch-, Wein- und Citronensäure kann nach der von R.-I. Cheftel, R. Munier und M. Macheboeuf[1] früher angegebenen Methodik in Gegenwart von *Adipin-*, *Sebacin-*, *Glykol-* und *Aconitsäure* nicht durchgeführt werden. R.-I. Cheftel, R. Munier und M. Macheboeuf[2] konnten nun zeigen, daß Entwicklung in der ersten Dimension mit einer mit Ammoniak oder einem anderen flüchtigen Amin alkalisierten Lösungsmittelphase, in der zweiten Dimension mit einer sauren zum Ziele führt. Zum Sichtbarmachen der Tüpfel dient dann die schon beschriebene Technik[1]. Man entwickelt zuerst mit Isopropanol-Ammoniak 22° Bé-Wasser (70 : 5 : 25), oder absolutem Äthanol-Ammoniak-Wasser (80 : 5 : 15). Nach einem Anstieg der Lösungsmittelfront von 35—40 cm trocknet man 12 Std lang in einer gelüfteten Glocke. Dann formt man aus dem Papier einen Zylinder senkrecht zur ersten Richtung und entwickelt mit der schon früher[1] verwendeten sauren Phase: 50 ml prim.-Propanol, 50 ml Eucalyptol, 20 ml 98%ige Ameisensäure und Wasser bis gerade zum Beginn der ersten bleibenden Trübung. Nach einem Anstieg von ebenfalls 35—40 cm bringt man das Papier unter eine entlüftbare Glocke für 4—5 Std und besprüht dann mit einer Lösung von 0,1%iger alkoholischer Bromkresolgrünlösung, auf Blau durch tropfenweise Zugabe von 0,1 n Natronlauge eingestellt. Die Säuretüpfel erscheinen als gelbe Flecken auf blaugrünem Grund. Mit diesem Indicator läßt sich auch das mit der alkalischen Phase eindimensional entwickelte Chromatogramm sichtbar machen. Für gewisse Dicarbonsäuren der aliphatischen Reihe eignet sich zum Nachweis Besprühung des mit Bromkresolgrün bereits behandelten Chromatogramms mit einer etwa *3%igen wäßrigen Bleiacetatlösung*. Der Indicator schlägt hierbei nach Violett um, während die entsprechenden Tüpfel sich gelbgrün färben. Diese Färbung ist bei einigen Dicarbonsäuren unbeständig, bei der Oxal-, Malon-, Bernstein-, Adipin- und Sebacinsäure jedoch bleibend. Auf diese Weise wird die Identifizierung erleichtert. H. Freytag.

Maleinsäure und Malonsäure können nach J. W. Airan und J. Barnabas[3] mit dem Lösungsmittel Pentanol — 5 m Ameisensäure (1 : 1) *papierchromatographisch* getrennt werden. Als Sprühreagens dient eine 0,1%ige alkoholische Lösung von Mercurochrom. Im UV-Licht erscheinen die Säuren als violette Flecke auf fluorescierendem Untergrund. Besonders deutliche Trennungen gelingen mit der zweidimensionalen Rundfilterchromatographie nach der vom Verf. früher beschriebenen Methode[1]. Dabei wird zur ersten Entwicklung ein ringförmiger Papierstreifen (6 cm ⌀, 0,3 cm breit) benutzt, der dann auf ein Rundfilter geheftet und mit demselben Lösungsmittel noch einmal entwickelt wird. H. Sperlich.

Über neue Bestimmungsmethoden der Kojisäure berichten Ch. Tatsumi und M. Ameyama[5]. Kojisäure besitzt 2 Absorptionsmaxima, die bei 217 und 265 mμ liegen. Der Komplex von Kojisäure mit Eisen(III)-Ion hat 3 Maxima bei 226, 283 und bei etwa 500 mμ. Die Reaktion mit Eisen(III)-Ion eignet sich zur quantitativen Bestimmung. Literaturangaben, nach welchen in dem Komplex 1 Mol Fe^{3+}-Ion an 3 Molen Kojisäure koordinativ gebunden sei, konnten nicht bestätigt werden, vielmehr scheint ein Komplex mit dem Molverhältnis 1 : 1 zu existieren. Das Verhältnis zwischen Kojisäure und Eisen(III)-Ion scheint mit steigendem Gehalt an

[1] Cheftel, R.-I., R. Munier and M. Macheboeuf: Bull. Soc. Chim. biol. **33**, 840 (1951); vgl. diese Z. **137**, 117 (1952/53).

[2] Bull. Soc. Chim. biol. (Paris) **34**, 380—387 (1952). Inst. Pasteur, Paris.

[3] Naturwissenschaften **40**, 510 (1953). Wilson College, Bombay (Indien).

[4] Airan, J. W.: Current Sci. **22**, 51 (1953).

[5] J. agric. chem. Soc. Japan **28**, 274—279 (1954) (nach engl. Zus.fass. referiert) [Japanisch]. Naniwa Univ.

Kojisäure von 1 auf 3 anzusteigen. Die Bestimmung wird besser mit $Fe_2(SO_4)_3$ in mit Schwefelsäure angesäuerter Lösung statt mit dem bisher verwendeten $FeCl_3$ durchgeführt. Durch passende Wahl der $Fe_2(SO_4)_3$- und H_2SO_4-Konzentration gelingt es, die störenden Einflüsse von Phosphaten, Pepton und einigen organischen Säuren (Citronen-, Fumar-, Äpfel-, Bernstein-, Milch-, Weinsäure) auszuschalten.

Ch. Tatsumi, M. Ameyama und A. Gooda[1] nahmen die *Eichkurven für die Bestimmung der Kojisäure* mit Eisen(III)-sulfat bei 217 mμ und 265 mμ auf. Die Eichkurven sind Gerade. Es werden die Formeln zur Berechnung der Gehalte aus den Extinktionswerten abgeleitet. H. Kurtenacker.

Zucker. *Zur papierchromatographischen Bestimmung von Zuckern* empfehlen G. Harris und I. C. Mac William[2] zur Farbentwicklung die Anwendung der Eintauchmethode an Stelle der üblichen Sprühmethodik. Diese Methode, die schon verschiedentlich zur Sichtbarmachung von Aminosäuren und Polyphenolen angewandt wurde, bietet mehrere Vorteile. Verf. variieren die Anwendung der üblichen Lösungsmittel, wie sie bei J. S. D. Bacon und J. Edelman[3], H. C. S. De Whalley, N. Albon und D. Gross[4] und J. L. Buchan und R. I. Savage[5] beschrieben wurden, indem sie Äthanol durch Aceton ersetzen und den Wassergehalt der Reagenzien erniedrigen. *Arbeitsweise.* 1. Man mischt 0,5 g Benzidin in 5 ml Essigsäure, 4 g Trichloressigsäure in 5 ml Wasser und gibt 90 ml Aceton zu. Diese Lösung ist, wenn sie im Dunkeln bei 0° C aufbewahrt wird, beständig. 2. Eine Lösung von 0,2 g Naphthoresorcin in 100 ml Aceton wird mit 3 n Phosphorsäurelösung im Vol.-Verh. 5:1 gemischt. Man hält die Naphthoresorcinlösung bei 0° C und mischt kurz vor Gebrauch mit der Phosphorsäure. 3. Das dritte Reagens besteht aus einer Mischung einer 2%igen Diphenylaminlösung in Aceton, einer 2%igen Anilinlösung in Aceton und 85%iger Phosphorsäure (5:5:1). Man hält die Aminolösungen ebenfalls bei 0° C und mischt kurz vor Gebrauch. Zur Farbentwicklung erwärmt man das Chromatogramm auf 100° C. Doris Heiligmann.

Eine verbesserte *chromatographische Trennung von Zuckern mittels Hydrocellulose* wird von J. D. Geerdes, B. A. Lewis, R. Montgomery und F. Smith[6] beschrieben: 5 g Solkaflocken (gepulverte Cellulose) werden unter schnellem Rühren in 250 ml 85%iger Phosphorsäure gelöst. Die dicke, durchscheinende Lösung wird unter ständigem Rühren in 3 l Wasser gegossen, die entstandene Fällung wird durch Dekantieren mit Wasser bis zur Neutralität gegen Lackmus gewaschen, erneut in 3 l Wasser suspendiert, mit Ammoniak bis zur lackmusalkalischen Reaktion gebracht, 2 Std stehen gelassen und dann wieder neutral gewaschen. Nun wird abgesaugt, mit absolutem Alkohol, dann mit Petroläther gewaschen und im Vakuum getrocknet. Das hierbei entstandene weiße Pulver, das mit Wasser stark quillt, jedoch darin unlöslich ist, wird im Verhältnis 1:1 mit Whatman Nr. 1-Cellulosepulver gemischt und in eine mit einem Wassermantel von 30° C umgebene Kolonne gefüllt. Das obere Ende der Säule wird mit einem Rundfilter, dann mit einer durchlochten Porzellanplatte bedeckt und mit einem Metallgewicht beschwert (Skizze im Original). Nach 1–2tägigem Waschen der Kolonne mit einem konstant siedenden Methyläthylketon-Wassergemisch wird die Mischung der Zucker oder deren Methyläther, im gleichen Lösemittel gelöst, auf die Säule

[1] J. agric. chem. Soc. Japan **28**, 279—282 (1954), nach engl. Zus.fass. referiert [Japanisch]. Naniva Univ.

[2] Chem. and Ind. **1954**, 249. Brewing Ind. Res. Found., Nutfield, Surr. (England).

[3] Biochemic. J. **48**, 114 (1951).

[4] Analyst (London) **76**, 287 (1951); vgl. diese Z. **136**, 143 (1952).

[5] Analyst (London) **77**, 401 (1952); vgl. diese Z. **139**, 211 (1953).

[6] Analyt. Chemistry **26**, 264—266 (1954). Univ. St. Paul, Minn. (USA).

gebracht und in bekannter Weise entwickelt. Verf. beschreiben Synthese und chromatographische Trennung von α- und β-Äthyl-l-Rhamnofuranosid sowie einiger methylierter Polysaccharide. K. Söllner.

Zur polarimetrischen Rohrzuckerbestimmung müssen bekanntlich die optisch nicht völlig blanken und oft stark gefärbten Lösungen von Rohsaft und -zucker vorher geklärt werden, wozu meist die Fällung mit basischem Bleiacetat benutzt wird. Hierbei kann man entweder die Zuckerlösung mit Bleiessiglösung versetzen und danach beispielsweise auf 100 ml verdünnen (britische Methode), oder man kann zu der bereits auf 100 ml verdünnten Zuckerlösung nachträglich trockenes basisches Bleiacetat hinzufügen (amerikanische Methode). Nach der ersten Methode erhält man etwas höhere Zuckerwerte als nach der zweiten. Welche von beiden „richtig" ist, erörtern J. G. N. Gaskin und G. C. Hands[1]. Sie betrachten dabei die nach der Fällung vorliegenden Lösungsvolumina. Als „richtiges" Flüssigkeitsvolumen definieren sie 100 ml minus Volumen der ausgefällten dunkelgefärbten Zuckerverunreinigungen. Verdünnt man erst nach Hinzufügen von Bleiessiglösung auf 100 ml, so vermindert sich das „richtige" Volumen noch um das Volumen der mitgefällten Blei-Ionen, die Zuckerkonzentration in der Lösung ist also etwas zu hoch. Versetzt man aber die auf 100 ml verdünnte Zuckerlösung erst hinterher mit trockenem Bleisalz, so vermehrt sich das „richtige" Flüssigkeitsvolumen um das Volumen der Anionen, an welche das in die Fällung eingehende Blei gebunden war, die Zuckerkonzentration in der Lösung wird also etwas geringer. Die Verf. empfehlen deshalb, das arithmetische Mittel beider Methoden als „richtigen" Wert anzusehen. Die Ergebnisse werden etwas beeinflußt von der Basizität des Bleiessigs und von der Menge des Fällungsmittels, von dem man möglichst wenig zugeben soll. — Konzentrierte Zuckerlösungen vermischt man mit der Hauptmenge des Verdünnungswassers, bevor man bis zur Marke auffüllt, da sonst durch die Kontraktion ein Fehler entstehen kann.

Die quantitative Zuckerbestimmung mit 3,4-Dinitrobenzoesäure untersuchen E. Borel und H. Deuel[2]. Die Reaktion beruht ebenso wie die von den Verf. früher untersuchte Zuckerbestimmung mit 3,5-Dinitrosalicylsäure[3] auf der Reduktion einer Nitrogruppe durch den Zucker in alkalischer Lösung, wobei stark farbige Verbindungen entstehen, die sich zur colorimetrischen Bestimmung eignen. Im Falle der Dinitrobenzoesäure wählt man die Arbeitsbedingungen so, daß die Reaktion vorzugsweise auf der Stufe der 3-Nitro-4-hydroxylaminobenzoesäure stehen bleibt. Diese Verbindung bildet sich mit Ascorbinsäure innerhalb 10 min bereits bei Zimmertemperatur, mit Zuckern erst beim Erhitzen im siedenden Wasserbad. Hierbei reagieren Pentosen und Fructose (90 sec Erhitzung) schneller als die übrigen Mono- und Disaccharide und Uronsäuren (150 sec). Verschiedene Methylderivate von Zuckern zeigen keine Reaktion. Die Methode eignet sich vor allem zur quantitativen Bestimmung von papierchromatographisch getrennten Zuckern in Mengen von je 0,05—0,5 mg. Die Fehler betragen etwa 5% und entstehen hauptsächlich bei der chromatographischen Trennung. Als Reagens dient eine Lösung von 2 g 3,4-Dinitrobenzoesäure und 31,8 g wasserfreiem Natriumcarbonat im Liter. Nach dem Erhitzen im Wasserbad verdünnt man die Reaktionslösungen auf das 10fache mit Wasser und mißt die Extinktion bei 548 mμ gegen eine Lösung von 3,18 g Na_2CO_3 im Liter. F. Neumann.

[1] Analyst (London) **78**, 334—339 (1953). Governm. Chemists' Dptm., London.

[2] Helv. chim. Acta **36**, 801—807 (1953). Techn. Hochschule, Zürich.

[3] Borel, E., F. Hostettler u. H. Deuel: Helv. chim. Acta **34**, 2132 (1951); **35**, 115 (1952); vgl. diese Z. **139**, 53 (1953).

Für die Halbmikrobestimmung reduzierender Zucker änderten T. Kobayashi und T. Tabuchi[1] die Methode von M. Somogyi[2] dadurch ab, daß sie dem Reagens an Stelle von Dinatriumphosphat das stärker alkalische Trinatriumphosphat in genügender Menge zusetzen, um das Kupfer(I)-oxyd vor der Oxydation durch den Luftsauerstoff zu schützen. H. Kurtenacker.

K. Wallenfels, E. Bernt und G. Limberg[3] berichten über die *quantitative papierchromatographische Bestimmung reduzierender Zucker, sowie über eine Anwendung zur Mikrobestimmung von Blutzucker*. Zur quantitativen Trennung von Zuckern kann das Verfahren von E. L. Hirst und J. K. N. Jones[4], nach dem die Zucker einzeln aus dem Chromatogramm ausgewaschen werden, nur dann angewandt werden, wenn die R_f-Werte der einzelnen Komponenten sich erheblich unterscheiden. Für die Trennung und Bestimmung von Zuckern mit annähernd gleichem R_f-Wert (z. B. Glucose-Galactose, Isomaltose-Maltotriose, Lactose-Lactobiose, Lactobiose-Galactobiose) werden 2 Verfahren angegeben. — Das erste Verfahren beruht auf der Reduktion einer ammoniakalischen Silbernitratlösung und anschließender Photometrie der Silberflecken nach W. Grassmann und K. Hannig[5]. Verf. arbeiten nach der absteigenden Methode. Als geeignetes Lösungsmittel erwies sich n-Butanol-Pyridin-Wasser (6:4:3). Das zweite Verfahren der Zuckerbestimmung, das auf der Reduktion von Triphenyltetrazoliumchlorid zu Formazan und anschließender colorimetrischer Auswertung beruht (TTC-Methode), gestattet nach K. Wallenfels[6] einen größeren Anwendungsbereich von minimalen Zuckerkonzentrationen. Das Chromatogramm soll vor Licht geschützt werden, die photometrische Auswertung (bei 546 mμ) soll innerhalb kurzer Zeit ausgeführt werden. Um Fehlermöglichkeiten, die durch eine Reaktion des Papiers mit der Reagenslösung entstehen können, zu umgehen, sollte von jedem Chromatogramm eine Blindwertkurve angelegt werden. Zur quantitativen *Mikrobestimmung von Blutzucker* wird die TTC-Methode vorgeschlagen. Dadurch kann der wirkliche Glucosewert erfaßt werden, der störende Einfluß von anderen reduzierenden Zuckern und Bestandteilen kann durch Anwendung dieser Methode an Stelle der üblichen Reduktionsverfahren ausgeschaltet werden. Um eine normale Fleckenbildung zu erhalten ist es erforderlich, das Blut zu enteiweißen (Alkohol und Chloroform 4:1), und ferner mit Hilfe von Ionenaustauschern Amberlite IR 120 und IR 4 b zu entsalzen. Doris Heiligmann.

Eine colorimetrische Methode zur Bestimmung von Sedoheptulosan in Gegenwart von Ribose und Fructose wird von L. Ujejski und E. R. Waygood[7] angegeben. Das Verfahren beruht auf den Farbreaktionen dieser Verbindung mit Carbazol-Schwefelsäure und Cysteinhydrochlorid-Schwefelsäure. Bezüglich der Einzelheiten der Bestimmung sei auf das Original verwiesen. H. Sperlich.

Aminosäuren. G. Curzon und J. Giltrow[8] prüften eine Reihe von *aromatischen Aldehyden* in bezug auf ihre Eignung zum *Nachweis von Aminosäuren auf Papier-*

[1] J. agric. chem. Soc. Japan **28**, 171—173 (1954); engl. Zus.fass. [Japanisch]. Tokyo Univ. of Education.

[2] J. biol. Chemistry **117**, 771 (1937); **119**, 741 (1937); **160**, 61 (1945); vgl. diese Z. **120**, 447 (1940); **135**, 386 (1952).

[3] Angew. Chem. **65**, 581—586 (1953). Biochem. Lab. Tutzing der C. F. Boehringer & Soehne, GmbH., Mannheim-Waldhof.

[4] J. chem. Soc. (London) **1949**, 1659); vgl. F. Cramer, Angew. Chem. **62**, 73 (1950).

[5] Naturwissenschaften **37**, 496 (1950).

[6] Naturwissenschaften **37**, 491 (1950); vgl. diese Z. **135**, 201 (1952).

[7] Canad. J. Chem. **32**, 14—18 (1954). McGill Univ., Montreal (Canada).

[8] Nature (London) **173**, 314—315 (1954). Inst. of Orthopaedics, Brockley Hill, Stanmore, Ms. (England).

chromatogrammen. Hierzu wurden 5 ml 0,01 m Aminosäurelösungen chromatographiert, die Streifen nach dem Trocknen in 2%ige Lösungen der Aldehyde getaucht, dann erhitzt und sowohl im Tageslicht als auch im filtrierten UV-Licht beobachtet. Von den untersuchten Aldehyden (Benzaldehyd, Zimtaldehyd, p-Aminobenzaldehyd, 2,4-Dichlorbenzaldehyd, o-, m-, p-Oxybenzaldehyd, 2,3-, 2,4-Dioxybenzaldehyd, 2-Oxy-3-methoxybenzaldehyd, Vanillin, o-Phthalaldehyd, Terephthalaldehyd) sind die beiden letzten besonders geeignet. Der o-Phthalaldehyd wurde bereits von A. R. Patton und E. M. Foreman[1] als spezifisches Reagens für *Glycin, Histidin* und *Tryptophan* empfohlen. Man verwendet eine frisch bereitete 0,2%ige Lösung von o-Phthalaldehyd in Aceton. Entwickelt man das Chromatogramm in Wasser-Aceton, dem 0,4% *Harnstoff* zugesetzt wird, so liefert Glycin anstatt eines grünen einen purpurfarbenen Tüpfel. Butanol-Essigsäurechromatogramme bleiben von Harnstoff unbeeinflußt. *Glutaminsäure* liefert rotbraune Tüpfel im UV-Licht nach Behandlung mit o-Phthalaldehyd in Gegenwart von Harnstoff und beim Erhitzen, wenn mit neutralen, nicht aromatischen Lösungsmitteln entwickelt wird. Auch *Taurin* gibt mit diesem Reagens eine spezifische Farbreaktion. Die bei *Histidin, Tryptophan* und *Tryptamin* auftretenden Färbungen mit o-Phthalaldehyd bleichen bei zu langem Erhitzen aus. Die Gelbfärbung von Histidin ist nur bei relativ großen Mengen beobachtbar; kleinere geben hellblaue Färbung. *Indol* zeigt keine Färbung. Die nicht erwähnten Aminosäuren geben in Gegenwart von Harnstoff lediglich undefinierte graufarbige Tüpfel. Die o-Phthalaldehydfarbreaktion wird durch das Lösungsmittel stark beeinflußt. Eine 0,2%ige *Terephthalaldehydlösung* in Aceton erwies sich ebenfalls als spezifisches und empfindliches Reagens für *Tryptophan, Tryptamin* und *Histidin*. Der Unterschied zwischen den charakteristischen Färbungen ist deutlicher. Histidin liefert nach 10 min langem Erhitzen auf 105° C gelbgrüne Fluorescenz, Tryptophan braune. Zusatz von 10% Essigsäure zur Terephthalaldehydlösung steigert die Intensität der Fluorescenzfarben von Tryptophan (blau nach 3 min Erhitzen bei 105° C) und Tryptamin (gelbgrün).

Die Genauigkeit der quantitativen Papierchromatographie von Aminosäuren, wie sie von A. R. Patton und P. Chism[2] empfohlen wurde, wird mit ergänzenden Verfahrenseinzelheiten von R. C. Salander, M. Piano und A. R. Patton[3] mitgeteilt. Es werden 1 μl-Tüpfel von 5–100 mMol Aminosäurelösungen auf Whatman-Papier Nr. 1 mit einer automatischen, trocknen Capillarpipette aufgebracht. Es wird aufsteigend 18–24 Std mit einem geeigneten Lösungsmittel (80%igem Phenol und wassergesättigtem 2,4-Lutidin) chromatographiert. Nach der Entwicklung wird das Lösungsmittel bei Raumtemperatur während 18–24 Std verdampft. Man sprüht dann mit 0,3%iger Ninhydrinlösung in 95%igem Äthanol und läßt die Färbung im Dunkeln bei Raumtemperatur 18 Std lang sich entwickeln. Mit Hilfe eines „*Welch Densichrons*" mißt man in Richtung der vertikalen Achse die maximale Absorption der gefärbten Tüpfel. Die Konzentrationen werden aus dem Vergleich mit auf dem gleichen Chromatogramm mitgelaufenen Standardtüpfeln abgeleitet. Unter Benutzung dieser Technik (Lutidinentwicklung) wurde z. B. in einem Caseinhydrolysat *Lysin* (8,3%) mit einer Standardabweichung von 1,5% bestimmt. Es zeigte sich, daß 1 oder 2 μl-Tüpfel die besten Resultate liefern. Größere Volumina führen zu diffusen Farbflecken, die schwer auszumessen sind, zumal ihre Peripherie optisch dichter als das Innere ist. H. Freytag.

[1] Science **109**, 339 (1949).

[2] Analyt. Chemistry **23**, 1683 (1951); vgl. diese Z. **136**, 434 (1952).

[3] Analyt. Chemistry **25**, 1252–1253 (1953). Colorado A & M Coll., Fort Collins, Colo. (USA).

J. F. Roland jr. und A. M. Gross[1] beschreiben ein Verfahren zur *quantitativen Bestimmung von Aminosäuren mit Hilfe eindimensionaler Papierchromatographie* in zwei verschiedenen Lösungsmitteln mit dem es gelingt, 16 Aminosäuren gut voneinander zu trennen. Histidin und Tryptophan erfordern andere Lösungssysteme. Nach Auftrennung der Aminosäuren werden die entstandenen Flecke mit Ninhydrin angefärbt und direkt auf dem Papier ausgewertet. 1. Lösungsmittel: 2-Butanol: 3%iges Ammoniak 3 : 1. Innerhalb von 48 Std werden getrennt: *Lysin*, *Arginin*, *Alanin*, *Prolin*, *Tyrosin*, *Valin*, *Methionin*, *Isoleucin*, *Leucin* und *Phenylalanin*. — 2. Lösungsmittel: 72%iges Phenol nach R. J. Block[2]. Innerhalb von 48 Std werden getrennt: *Cysteinsäure*, *Asparaginsäure*, *Glutaminsäure*, *Serin*, *Glycin* und *Threonin*. — Zur Abtrennung von *Tryptophan* wird ein Chromatogramm 24—40 Std in folgender Mischung entwickelt: 2-Butanol: 95%iges Äthanol: 6%iges Ammoniak 100 : 25 : 35. Folgende absteigende Reihenfolge wird hier beobachtet: Cystin, Asparaginsäure-Glutaminsäure, Serin-Glycin-Histidin, Threonin-Alanin, Prolin, Tyrosin, Valin-Methionin, Tryptophan, Isoleucin und Phenylalanin-Leucin. — *Histidin* kann entweder bei Lösungsmittel 1 durch Sichtbarmachung und Auswertung mit Hilfe der Pauly-Reaktion mit erfaßt oder durch ein weiteres Lösungssystem wie z. B. 2-Butanol-Essigsäure-Wasser 120 : 15 : 25 innerhalb 64 Std auf dem Papierchromatogramm von anderen Aminosäuren abgetrennt und mit Ninhydrin bestimmt werden. Die Methode wurde am Beispiel von β-Lactoglobulin geprüft und zeigte bei ziemlicher Schwankungsbreite der Einzelwerte (−7 bis +9%), mit anderen Literaturwerten Übereinstimmung. Gude Drepper.

Über die chromatographische Bestimmung von Aminosäuren in Gegenwart eines großen Überschusses von Kohlenhydraten stellten J. P. Dustin, C. Czajkowska, S. Moore und E. J. Bigwood[3] Untersuchungen an. Dabei wurden Mischungen von 15 der 18 üblichsten Aminosäuren (mit Ausnahme von Cystin, Methionin und Tryptophan) mit 6 n Salzsäure in Gegenwart und in Abwesenheit von Kohlenhydraten gekocht. Bei der chromatographischen Analyse der Hydrolyseflüssigkeiten an Ionenaustauschsäulen[4] störten die Zersetzungsprodukte der Stärke und Glucose nicht. Die Ausbeute der einzelnen Aminosäuren wurde durch den Zusatz von 2 g Kohlenhydrat zu 25—50 mg Aminosäure auf 200 ml 6 n Salzsäure in keinem Fall mehr als um 3% erniedrigt. H. Sperlich.

Die Identifizierung der Aminosäuren im gereinigten und hydrolysierten Prothrombin gelang erstmals G. Ray, N. C. Ganguli und S. C. Roy[5] durch Ringpapierchromatographie in der Technik von K. V. Giri und N. A. N. Rao[6]. Als Papier wurde Whatman Nr. 1 mit einem Durchmesser von 18,5 cm, als Lösungsmittel die obere Schicht eines Gemisches (40:10:50) von Butanol-Eisessig-Wasser verwendet. Nach beendeter Entwicklung wurde an freier Luft getrocknet, mit 0,1%iger acetonischer Lösung von Ninhydrin besprüht und 10—15 min bei 60° C getrocknet. Die eigentliche Identifizierung wurde durch Vergleich mit den Positionen bekannter Gemische von Aminosäuren auf ein und demselben Chromatogramm durchgeführt. Im Prothrombinmolekül wurden so 16 Aminosäuren eindeutig nachgewiesen. Das außer diesen vorhandene (auf anderem Wege fest-

[1] Analyt. Chemistry **26**, 502—505 (1954). Armour Lab., Chicago, Ill. (USA).
[2] Analyt. Chemistry **22**, 1327 (1950); vgl. diese Z. **137**, 121 (1952/53).
[3] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **9**, 256—262 (1953). Fac. Méd., Univ. Brüssel.
[4] Moore, S., und W. H. Stein: J. biol. Chemistry **192**, 663 (1951), vgl. diese Z. **136**, 371 (1952).
[5] Nature (London) **172**, 809—810 (1953). Univ. College Sci. Technol. Calcutta.
[6] J. Indian. Inst. Sci. **34**, 95 (1952); vgl. diese Z. **141**, 133 (1954).

gestellte) Tryptophan fällt im Chromatogramm aus, da es während der präliminaren Säurehydrolyse zerstört wird. R. Klockmann.

Die verschiedenen Bestimmungsmethoden von Aminosäuren aus Eiweißhydrolysaten auf dem Papierchromatogramm wurden von E. Schwerdtfeger[1] vergleichend experimentell geprüft und die Ergebnisse zusammengefaßt. Wichtigste Voraussetzung zur quantitativen Bestimmung ist die exakte Trennung optimaler Mengen der zu bestimmenden Komponenten. Verf. hat die beste Trennung unter Benutzung eines Bogenchromatogramms erzielt[2]. Zur quantitativen Auswertung der Chromatogramme wird die sogenannte „Anfärbung in 2 Stufen" empfohlen[3].

Helga Schmidt.

Eine genaue Bestimmungsmethode für Aminosäuren auf Papierchromatogrammen beschreibt H. Boser[4]. Sie diente zur Bausteinanalyse eines Nucleoproteides aus Pankreas. — Die Hydrolyse von 20 mg Protein in 2 ml 6 n Salzsäure wird durch 20stündiges Erhitzen auf dem Wasserbad im CO_2-Strom durchgeführt. Die Trennung der Aminosäuren erfolgt alsdann durch Kombination von Papierelektrophorese (Histidin, Arginin, Lysin) und -chromatographie (alle anderen Aminosäuren). Die Auftrennung letzterer gelingt eindimensional auf 2 verschiedenen Streifen durch Kombination von Phenol, gesättigt mit 0,03%igem Ammoniak, als Lösungsmittel (Asparaginsäure, Glutaminsäure, Serin, Glycin, Alanin, Tyrosin und Valin) und n-Butanol-Eisessig-Wasser (4:1:5) (Histidin, Glutaminsäure, Alanin + Prolin, Tyrosin, Valin, Phenylalanin und Leucin). Die Elektrophoresestreifen und das Phenol-NH_3-Chromatogramm werden durch Besprühen mit Phosphatpuffer und Ninhydrin markiert; das Butanol-Eisessig-Chromatogramm zeigt nach Besprühen mit 0,1 m Phosphatpuffer (p_H 7,4) im UV-Licht eine Fluorescenz. Die markierten Flecken werden ausgeschnitten und nach A. J. Woiwod[5] mittels Kupferphosphat ausgewertet. (Angabe der Eichkurvenfaktoren.)

Zur Bestimmung von Monoamino-Monocarbonsäuren durch quantitative Papierchromatographie geben A. R. Kemble und H. T. Macpherson[6] eine Methode an ohne Benutzung von Ninhydrin. Die neutralen, durch Ionophorese abgetrennten Aminosäuren werden mit Chloramin T (Krebs und van Slyke) oxydiert und das entstandene CO_2 in der Warburg-Apparatur gemessen. — Zwei Parallelchromatogramme (Whatman 3MM) laufen nach Vorbehandlung des Papiers mit 8-Oxychinolinlösung (30 mg in 1 ml Aceton) zur Vermeidung von „Bärten" nach Aufbringung der Proben (1—2 mg α Amino-N in 2 ml) in Bandform längs des Randes mit Propanol-Wasser (80:20) danach mit Isobutanol-Methyläthylketon-Wasser (70:50:30). Die Chromatogramme werden noch halbfeucht mit einem Indicator (20 ml 0,15%ige Lösung von Bromthymolblau in 95%igem wäßrigem Äthanol, 0,2 ml Formalin und 0,2 ml 20%ige wäßrige Kalilauge) besprüht. Nach Trocknung werden die Aminosäurestreifen ausgeschnitten und durch Aufsaugen von Wasser auf der einen Seite der Streifen und Abtropfen in ein Warburg-Gefäß auf der anderen Seite eluiert (2 ml Wasser). Nach Auswägen der Gefäße wird die Oxydation der einzelnen A.S. mit Chloramin T durchgeführt. Falls die A.S. nicht einzeln getrennt

[1] Chem. Techn. **6**, 192—196 (1954). Univ. Rostock.

[2] Schwerdtfeger, E.: Naturwissenschaften **41**, 18 (1954); vgl. d. Z. **143**, 288 (1954).

[3] Fowden, L.: Biochemic. J. **48**, 327 (1951), vgl. diese Z. **136**, 365 (1952); Pernis, B., und Ch. Wunderly: Biochim. biophysica Acta (Amsterdam) **11**, 209 (1953).

[4] Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. **296**, 10—18 (1954). Forsch.-Inst. für Diabetes, Garz und Karlsburg, Kr. Greifswald.

[5] Biochemic. J. **45**, 412 (1949); vgl. diese Z. **135**, 207 (1952).

[6] Biochemic. J. **56**, 548—555 (1954). Univ. Edinburgh (Schottland).

waren, werden Sonderbestimmungen beschrieben. Die Methode wird an einem synthetischen Gemisch von Insulin und Eialbumin erprobt. HILDEGARD TELSCHOW.

Zur chromatographischen Bestimmung von Glutaminsäure in Weizengluten und Glutenhydrolysaten werden von P. MORRIES und R. E. STUCKEY[1] zwei Verfahren vorgeschlagen, die sich zum Teil auf frühere Arbeiten stützen[2]. Am besten werden 1 g Gluten mit 10 ml konz. Salzsäure 4 Std am Rückfluß hydrolysiert, auf 25 ml aufgefüllt und mit Silberoxyd bis p_H 7 neutralisiert. Von dem geklärten Extrakt trägt man 2 μl auf Whatman-Papier Nr. 1 auf und entwickelt in einer wasserdampfgesättigten Atmosphäre mit Isobuttersäure oder Phenol absteigend über Nacht. Das überschüssige Lösungsmittel wird mit Äther entfernt, die Flecken durch Besprühen mit 1%igem Ninhydrin in n-Butanol + 10% Pyridin bei 80° C sichtbar gemacht. Die Flecken können ausgeschnitten, mit 20%igem Pyridin extrahiert und colorimetrisch bestimmt werden. Der Vergleich erfolgt durch eine Standardlösung von Glutaminsäure. Die Autoren finden in einem Hydrolysat 11,4–14,5% Glutaminsäure, im Mittel 12,5%. Auch mit Ionenaustauschern ist eine Trennung möglich, z. B. mit Amberlite IR-4B. Er soll 40–60 mesh haben, mit Salzsäure gewaschen und mit Wasser solange extrahiert werden, bis der p_H-Wert des Waschwassers größer als 3 ist. Auf diese Säule trägt man ein Hydrolysat mit ungefähr 1% Aminodicarbonsäure auf mit p_H zwischen 3–4. Man wäscht mit Wasser, bis im Eluat die Ninhydrinreaktion negativ ist. Dann eluiert man mit 100 ml n Salzsäure, verdampft das Eluat im Vakuum und bestimmt entweder den Gesamt- oder den Aminostickstoff. Die Werte sind ziemlich gleichwertig, die Ausbeuten bei synthetischen Mischungen schwanken zwischen 98,4 und 102,2%. In Glutenhydrolysaten verschiedener Herkunft werden auf diese Weise 9,7–9,9% Glutaminsäure und 7,85—15,5% Glutamin- + Asparaginsäure gefunden. Es gelingt eine Abtrennung von Asparaginsäure, bei welcher aber die Fehler größer sind. K. HINSBERG.

Die Bestimmung von Aminosäuren bei Anwesenheit von Harnsäure und Ammoniak studierte Z. M. ZIELIŃSKA[3] an reinen Lösungen sowie an Homogenisaten bzw. deren proteinfreien Filtraten der Wachsmottenlarve (Galleria mellonella) mit Hilfe der Reaktion von O. FOLIN. Es zeigte sich, daß zum Proteinfiltrat zugesetzte Aminosäuren mit einem wenige Prozent nicht überschreitenden Fehler wiedergefunden werden. Kleine Mengen Harnsäure haben keinen Einfluß, Mengen über 10 μg erhöhen hingegen den Aminosäuregehalt merklich. Wenige μg Ammoniak (als Ammoniumchlorid zugesetzt) werden vollkommen als Aminosäuren-Stickstoff erfaßt, was bei solchen Bestimmungen in Betracht zu ziehen ist. H. FREYTAG.

Prolin und Ornithin können nach F. P. CHINARD[4] photometrisch bestimmt werden, wenn man die schon von W. GRASSMANN und K. VON ARNIM[5] sowie von D. D. VAN SLYKE, R. T. DILLON, D. A. MACFADYEN und P. HAMILTON[6] gemachten Beobachtungen zugrunde legt, daß sie mit Ninhydrin bei p_H 1,0 wasserunlösliche rotgefärbte Verbindungen ergeben. Eine Reihe von im Original angeführten, zum Teil auch gefärbten Verbindungen mit anderen Aminosäuren usw. stören bei 100mal stärkerer Konzentration nicht, andere wie Glutamin, Histidin, Cystin, Methionin, Tryptophan, Arginin, Tyrosin, Oxyprolin, Asparaginsäure, Phenyl-

[1] Analyst (London) **78**, 636–640 (1953). Brit. Drug Houses Ltd., London N. 1.
[2] ATKINSON, R. O., R. G. STUART and R. E. STUCKEY: Analyst (London) **75**, 447 (1950); vgl. diese Z. **135**, 205 (1952).
[3] Acta biol. exp. (Łódź) **16**, 265—270 (1952). Nencki Inst. Exper. Biol., Łódź.
[4] J. biol. Chemistry **199**, 91–95 (1952). John Hopkins Univ. Baltimore, Mld. (USA).
[5] Liebigs Ann. Chem. **509**, 288 (1934); **519**, 192 (1935).
[6] J. biol. Chemistry **141**, 627 (1941).

alanin, Citrallin, Cystein, Lysin stören in mehr als 10facher Konzentration. Man mißt im Absorptionsmaximum bei 515 mμ. Das Beersche Gesetz ist zwischen 0,02 und 0,1 μ Mol/ml erfüllt. *Arbeitsweise.* Zu 1 ml zu prüfender Lösung setzt man aus einer Bürette 1,0 ml Eisessig und 1,0 ml frische Reagenslösung (0,4 ml 6 m Phosphorsäurelösung + 0,6 ml Eisessig mit 25 mg Ninhydrin bis zur Lösung auf 70° erhitzt). Gleichzeitig stellt man eine Blindprobe aus 1 ml Probelösung, 1 ml Eisessig und 1 ml Säuremischung ohne Ninhydrin an. Ebenso gibt man in einer weiteren Blindprobe zu 1 ml Reagenslösung, 1 ml Eisessig noch 1 ml des Lösungsmittels zu, das für die zu prüfende Aminosäure benutzt werden soll. Man erhitzt alle 3 zugestopften Röhrchen bei konstanter Temperatur von 100° C eines Wasserbades 60 min lang, gibt dann überall 1 ml Eisessig zu, kühlt und ergänzt mit Eisessig auf 5 ml. Anschließend mißt man sofort im Photometer bei 515 mμ und vergleicht mit Standardlösungen, die in derselben Weise bereitet wurden.

H. Zellner.

IV. Spezielle analytische Methoden.

2. Auf Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche.

Literatur. M. Huybrechts: *Chimie analytique appliquée à la métallurgie.* Troisième édition augmentée et publiée par R. Chandelle et C. Vandael. 468 Seiten mit 126 Abbildungen. Verlag Masson & Cie., Paris 1953. Preis 2800 ffr.

Die analytische Chemie, die Huybrechts zuerst im Jahre 1911 herausgab und die in der vorliegenden 3. Auflage von seinen Schülern bearbeitet ist, ist ein Anleitungsbuch für das quantitative chemische Praktikum an Hochschulen. Das Buch enthält eine Anzahl von praktisch vorkommenden Analysenbeispielen auf dem Gebiet der Untersuchung von Mineralien, Erzen, Metallen, Legierungen, Kohlen, natürlichen Wässern usw. Für die Untersuchungen werden vorwiegend die bewährten klassischen Methoden der Analyse angewendet, die neueren Verfahren nur insoweit, als sie sich in der Praxis bereits als brauchbar erwiesen haben. Bei allen Verfahren wird zunächst das Prinzip erläutert, dann folgt die Arbeitsvorschrift und daran schließen sich Bemerkungen über Ursachen von Fehlern, besondere Arbeitsweisen und dergleichen. Alles wird sehr ausführlich in leicht verständlicher Form gebracht; von Reaktionsgleichungen (durchwegs Molekül-, keine Ionengleichungen) und guten Abbildungen (die mitunter wiederholt werden) wird reichlich Gebrauch gemacht, so daß der Studierende die Methode ohne weitere Anleitung verstehen und durchführen kann. Die Grundlagen der neueren Bestimmungsverfahren (Potentiometrie, Photocolorimetrie, komplexometrische Verfahren) sind zusammenfassend behandelt. Unter den Analysenbeispielen sei besonders auf die sehr ausführliche, mehr als 50 Seiten umfassende Beschreibung der Bestimmungsverfahren von Silber und Gold in Erzen hingewiesen, die manchem sehr willkommen sein wird. Auch sonst bildet das Werk nicht nur ein sehr brauchbares Hilfsbuch für den Praktikumsunterricht, auch der analytische Chemiker wird daraus mancherlei Nutzen ziehen können.

F. Wilborn: *Physikalische und technologische Prüfverfahren für Lacke und ihre Rohstoffe.* XX, 834 Seiten mit 418 Abbildungen, einer Farbbeilage und ausführlichem Namen- und Sachverzeichnis. Verlag Berliner Union, Stuttgart 1953. 2 Bände in Ganzleinen DM 165.—.

Unter Mitwirkung zahlreicher Fachleute sind in dem vorliegenden Werk die einschlägigen Prüfverfahren zusammengestellt und an Hand zahlreicher Abbildungen erläutert. Auf die theoretischen Grundlagen der sehr verschiedenartigen Verfahren wird nicht eingegangen, das Hauptgewicht ist auf die praktische Seite gelegt. Für den, der sich über die einzelnen Verfahren näher orientieren will, sind die vielen Literatur-

hinweise von Bedeutung, die zum Teil bis in die letzten Jahre fortgeführt sind. Der behandelte Stoff ist in drei Hauptteile aufgegliedert, nämlich in die Untersuchungsmethoden der Rohstoffe, der Anstrichstoffe und des Anstrichs (Films). Während die Prüfung der Rohstoffe und Anstrichstoffe im wesentlichen nach den auch für andere Zwecke üblichen Verfahren (Dichte, Schmelzpunkt, Viscosität usw.) erfolgt, findet man im Abschnitt Anstrich eine große Mannigfaltigkeit von für die verschiedensten Anwendungszwecke entwickelten Prüfverfahren. Diese nehmen auch den Hauptteil des Werkes ein. Chemische Analysenmethoden sind in dem Werk nicht berücksichtigt, da sie für die meisten Anwendungszwecke von geringer Bedeutung sind. Umgekehrt ist aber für den auf dem Gebiet der Lacke tätigen analytischen Chemiker die Kenntnis der physikalischen und technologischen Prüfverfahren wichtig und in dieser Hinsicht wird ihm das vorliegende Nachschlagewerk von großem Nutzen sein. A. KURTENACKER.

Die Bestimmung kleiner Wismutgehalte in metallischem Kupfer kann nach Z. ZÁBRANSKÝ[1] *polarographisch* durchgeführt werden, nachdem man von der Hauptmenge Kupfer und anderen Beimengungen, außer Blei, durch Ausschütteln mit Dithizonlösung getrennt hat. 0,0004% Bi im Kupfer lassen sich auf etwa 20% genau bestimmen. Blei stört die Bi-Bestimmung nicht. Die Bleibestimmung selbst ist weniger verläßlich. - *Ausführung.* Man löst 5 g Kupfer (mit etwa 0,0005% Bi) in 50 ml Salpetersäure, raucht mit 8 ml konz. Schwefelsäure bis zum Verschwinden der Nebel ab, nimmt mit 50 ml Wasser und 1 ml 50%iger Citronensäurelösung auf und gibt konz. Ammoniaklösung bis zur Wiederauflösung des zunächst gebildeten Niederschlages zu. Nach dem Abkühlen versetzt man mit 50 ml 50%iger KCN-Lösung und schüttelt mit 3 ml-Portionen 0,1%iger Dithizonlösung in Chloroform erschopfend aus (ungefähr 6mal). Die vereinigten Extrakte werden zur Trockne verdampft, der Rückstand wird mit 0,5 ml konz. Schwefelsäure im KJELDAHL-Kolben unter tropfenweiser Zugabe von Perhydrol mineralisiert. Die hell gewordene Lösung erhitzt man bis zum Auftreten weißer Nebel, löst nach dem Erkalten in 5 ml 2 m Natriumacetatlösung, die 0,05 m Komplexon III enthält, und polarographiert von 0 Volt an. Das Halbstufenpotential von Bi liegt bei —0,6 V, das von Pb bei —1,1 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode gemessen). A. KURTENACKER.

Zur Bestimmung von Selen und Tellur in metallischem Kupfer kann man nach F. D. L. NOAKES[2] die beiden Elemente unmittelbar aus der salpetersauren Lösung der Probe mit Zinn(II)-chlorid abscheiden und erspart dadurch das sonst übliche Abrauchen mit Schwefelsäure. Nach der Trennung können Se und Te gewichts- oder maßanalytisch bestimmt werden. *Ausführung.* Man löst 5—20 g Probe in 20 ml Wasser und 20 ml (notfalls mehr) Salpetersäure, verkocht die Stickoxyde, fügt Natronlauge bis zur bleibenden Trübung zu und löst diese durch tropfenweisen Zusatz von Salpetersäure, von der man 4—5 Tropfen im Überschuß zugibt. Nach Zufügen von 10 ml Hydrazinhydrochloridlösung (15 g in 100 ml 10%iger Salzsäure) und 20 ml konz. Salzsäure (D 1,18) reduziert man sofort durch Zugabe eines Überschusses von 1 ml Zinn(II)-chloridlösung über die zur Wiederauflösung des zunächst gebildeten Niederschlages notwendige Menge. [Die Zinn(II)-chloridlösung wird hergestellt, indem man konz. Salzsäure mit festem Zinn(II)-chlorid bis zur Sättigung schüttelt und dann vom Ungelösten abgießt.] Man erwärmt auf 60° C, aber nicht über 70° C, läßt nicht länger als 30 min stehen, filtriert durch einen GOOCH-Tiegel mit Asbestfilter und wäscht mit Salzsäure (1 : 1). Der Niederschlag, der aus Kupferselenid und -tellurid besteht, wird dann in zwei 5 ml-Portionen Brom-Bromwasserstoffsäure [10 g Brom in 100 ml HBr-Lösung (D 1,46—1,49)], die auf etwa 30° C

[1] Chem. Listy **48**, 617—618 (1954) [Tschechisch]. Akad. Wissensch., Prag.
[2] Analyst (London) **76**, 542—547 (1951). Box 137 Kitwe, Nord-Rhodesia.

erwärmt wurden, vom Filter gelöst. Aus der mit Salzsäure (1 : 1) auf 100 ml verdünnten Lösung werden Se und Te mit überschüssigem festem Natriumhypophosphit (etwa 3 g Überschuß) bei 50° C gefällt. Der Niederschlag wird nach 30 min über Asbest filtriert, mit Br_2-HBr-Lösung vom Filter gelöst, das Filter wird mit Salzsäure (1 : 1) nachgewaschen. Man verdünnt mit konz. Salzsäure auf 50 ml, fällt Selen mit überschüssiger schwefliger Säure bei 30° C unter Zugabe von etwa $^1/_2$ g Kieselgur als Sammler, filtriert in einen GOOCH-Tiegel, wäscht 4mal mit Salzsäure (1 : 1) und dann zweimal mit Wasser. Aus dem Filtrat verkocht man die Hauptmenge SO_2, verdünnt mit Wasser auf das doppelte Volumen, fällt dann Te mit überschüssigem Natriumhypophosphit in der Siedehitze, filtriert nach 20 min und wäscht mit Salzsäure. Die Niederschläge von Se und Te können gewogen werden, wenn man die Fällungen mit SO_2 bzw. NaH_2PO_2 noch einmal wiederholt. Besser sind die maßanalytischen Bestimmungen, die im wesentlichen nach B. S. EVANS[1] durchgeführt werden. A. KURTENACKER.

Zur Bestimmung von Eisen in metallurgischen Produkten bei Gegenwart von Kupfer verwenden J. KINNUNEN und B. MERIKANTO[2] die von K. SOMEYA[3] beschriebene Methode der Reduktion mit Zinkamalgam. — *Ausführung.* 0,5 g der Probe werden mit 10 ml Salzsäure und 2 ml Salpetersäure gelöst und dann mit 2 ml Fluorwasserstoffsäure und 15 ml Schwefelsäure (1 : 1) abgeraucht. Der Rückstand wird in Wasser und 5 ml Salzsäure gelöst, in einem Scheidetrichter auf 100 ml verdünnt, mit 15 ml Schwefelsäure (1 : 1) versetzt und 3—4 min mit 20 ml Zinkamalgam geschüttelt, welches durch Auflösen von 10 g Zn in 40 ml Hg erhalten wurde. Wenn die Lösung entfärbt ist, gibt man 15 ml CCl_4 hinzu, schüttelt kurz und läßt das Amalgam zusammen mit etwas CCl_4 abfließen. Nach Zusatz von 3 Tropfen einer 0,25 n Ferroinlösung titriert man mit 0,1 n Cer(IV)-sulfatlösung unter Durchleiten von CO_2. — Bei einer zeitsparenden Variante werden 0,5 g der Probe in 10 ml Salzsäure und 3 ml Fluorwasserstoffsäure unter Zusatz von 0,5 g Borsäure oder Berylliumchlorid gelöst. Man gibt dann 30 ml Schwefelsäure (1 : 1) hinzu, bringt die Lösung in den Scheidetrichter und behandelt sie weiter wie oben beschrieben. G. DENK.

Magnesiumlegierungen. A. MAYER, G. BRADSHAW und J. DEUTSCHMAN[4] verbesserten das von D. F. SWINEHART[5] beschriebene *Dead-stop-Verfahren der Zinkbestimmung in Magnesiumlegierungen mit Cyanoferrat(II)* durch Vergrößerung der Platinelektroden auf 2,5 cm², Verwendung einer höheren Spannung von 0,8 Volt und Anwendung eines Milliamperemeters (innerer Widerstand 100 Ohm). Die Titration wird bei 65°—95° C ausgeführt. Sulfat, Chlorid, Fluorid, Phosphat und Perchlorat, Silicat stören nicht. Große Mengen Nitrat geben zu niedrige Werte. Nitrit muß mit Harnstoff entfernt werden. Mg (10 g), Li, Na, K, Pb, Ba (je 1 g), 0,5 g selt. Erden, Zr, Th, 0,1 g Mn oder Ca stören nicht. Permanganat muß reduziert werden. Cu muß durch Elektrolyse oder durch Fällung als Sulfid entfernt werden. Die störende Wirkung von Aluminium kann durch Zugabe von 10 ml KF-Lösung (300 g/Liter) für je 400 mg Al beseitigt werden. Bei Gegenwart von mehr als 5 mg Eisen muß das zu bestimmende Zn vorerst als ZnS aus citratgepufferter Lösung gefällt und so vom Eisen befreit werden. Sn entfernt man als Sulfid, Cd durch Elektrolyse, Ni und Co geben zu hohe Resultate, wenn mehr als 4 mg vorhanden sind, Ag muß als Chlorid

[1] Analyst (London) **67**, 346 (1942); vgl. Chem. Zbl. **1943**, II, 154.

[2] Chemist-Analyst **42**, 62—63 (1953). Outokumpu Oy, Metalworks, Pori (Finnland).

[3] Z. anorg. allg. Chem. **138**, 291 (1924); vgl. diese Z. **66**, 281 (1925).

[4] Analyst (London) **78**, 367—373 (1953). Magnesium Elektron, Ltd., Clifton Junction, Manchester (England).

[5] Analyt. Chemistry **23**, 380 (1951); vgl. diese Z. **135**, 424 (1952).

entfernt werden. Ti und Tl stören als dreiwertige Ionen. Zur Abtrennung verwendeter überschüssiger Schwefelwasserstoff muß durch Kochen entfernt werden. Die Genauigkeit ist besser als 1%. K. Brodersen.

Für die photometrische Bestimmung von Aluminium in Magnesiumlegierungen verwendet A. Bacon[1] als Reagens den Farbstoff *Solochrome Cyanin RS* an Stelle des ähnlichen, aber in England nicht erhältlichen Erichromcyanin R[2]. Die Farbentwicklung mit Solochrome Cyanin RS wird von der Säurekonzentration, der Temperatur und dem Alter der Farbstofflösung beeinflußt. Die Säuremenge muß daher stets genau gleich gehalten werden. Die beiden anderen Einflüsse werden ausgeschaltet, indem man stets Differenzen gegen ähnlich zusammengesetzte und gleichartig behandelte synthetische Lösungen abliest. Die Bestimmungen sind bei größeren Al-Gehalten auf etwa ± 1% bei weniger als 0,025% Al auf etwa ± 2% genau. Zn, Ni, Mn, Cd stören praktisch nicht. Cu und Fe geben ähnliche Färbungen wie Al, die aber schwächer sind. Korrekturen müssen nur bei sehr kleinen Al-Gehalten angebracht werden. Hierfür wird eine graphische Methode beschrieben. Phosphat ist in Konzentrationen bis zu 3 mg je Liter zulässig. Tartrat und Citrat müssen abwesend sein. — *Ausführung.* Von Al-reichen Legierungen (bis 14% Al) löst man 0,5 g in 20 ml 9,5 n Schwefelsäure (genau gemessen) und 50 ml Wasser, oxydiert mit 1 ml Salpetersäure (D 1,2), kühlt und füllt auf 200 ml auf. 10 ml dieser Lösung werden auf 500 ml verdünnt und 10 ml davon versetzt man im 100 ml-Meßkolben mit etwa 60 ml Wasser und, je nachdem der Al-Gehalt bis zu 3,5, 7 oder 10% beträgt, mit 5, 10 bzw. 20 ml 0,05%iger wäßriger Solochrome-Cyanin RS-Lösung. Unmittelbar darauf gibt man 5 ml Pufferlösung (20 g krist. Natriumacetat + 6 ml n Essigsäure in 100 ml) zu, verdünnt zur Marke und mißt nach 10 min mit Grünfilter (z. B. Ilford Nr. 604). Für Legierungen mit kleinen Al-Gehalten (bis 0,35% Al) nimmt man 50 ml n Schwefelsäure zum Lösen, oxydiert mit 1 ml n Salpetersäure, füllt auf 250 ml auf, versetzt 10 ml davon im 100 ml-Kolben mit 5, 10 oder 20 ml Farbstofflösung (für Gehalte bis zu 0,10, 0,175 bzw. 0,35% Al) und 5 ml Pufferlösung (20 g krist. Natriumacetat + 1,65 ml n Essigsäure in 100 ml) und verfährt im übrigen wie oben. H. Kurtenacker.

Zur spektrophotometrischen Bestimmung von Selen und Tellur in Magnesiumlegierungen benutzen St. E. Wiberley, L. G. Bassett, A. M. Burrill und H. Lyng[3] die Färbungen, die eine Lösung dieser Elemente in konzentrierter Schwefelsäure ergibt. *Ausführung.* Eine Probe des zu analysierenden Materials, die 2 bis 10 mg Se oder 0,5—4 mg Te enthält, wird unter Erwärmen mit etwa 25 ml 3 n Salzsäure behandelt, dann zur Auflösung des Selens oder Tellurs mit etwa 2 ml 6 n Salpetersäure versetzt. Man dampft die Lösung weitgehend ein und verdünnt wieder mit 3 n Salzsäure. Das Selen oder Tellur wird dann mit 5 ml Zinn(II)-chloridlösung (115 g $SnCl_2$ in 170 ml 12 n Salzsäure gelöst, auf 1 l verdünnt und über Zinn aufbewahrt) gefällt. Man filtriert durch einen Glasfiltertiegel, wäscht mit Wasser, dann mit Alkohol und trocknet bei 100° C. Der Tiegel wird mit 35 ml heißer konz. Schwefelsäure behandelt (15 min bei 175° C für Se und 10 min bei 100° C für Te), nach dem Abkühlen mit konzentrierter Schwefelsäure im Meßkolben auf 50 ml aufgefüllt. Die Absorption der Lösung wird bei 350 mμ für Selen und bei 520 mμ für Tellur im Spektrophotometer bestimmt und die zugehörige Menge an Se bzw. Te aus

[1] Analyst (London) **77**, 90–97 (1952). Roy. Aircraft Establishment, Farnborough, Hants. (England).

[2] Vgl. Rauch, A.: Diese Z. **124**, 17 (1943); Richter, F.: Diese Z. **126**, 426 (1943); **127**, 113 (1944).

[3] Analyt. Chemistry **25**, 1586–1588 (1953). Rensselaer Polytechnic Inst., Troy, N. Y. (USA).

Eichkurven entnommen, die man mit Hilfe bekannter Mengen Selen und Tellur hergestellt hat. Die auf colorimetrischem Wege erhaltenen Ergebnisse sind etwas höher als die gravimetrischen Werte. Die Bedingungen beim Lösen des gefällten Selens bzw. Tellurs mit Schwefelsäure müssen genau eingehalten werden, da man sonst fehlerhafte Ergebnisse bekommt. Liegen Mischungen vor, in denen etwa gleiche Mengen von Selen und Tellur vorhanden sind, so stört Te bei der Selenbestimmung wenig, weil es sich bei 175° C in Schwefelsäure farblos löst, die Ergebnisse für Se liegen um etwa 5% zu hoch. Umgekehrt kann Tellur aber nicht neben Selen bestimmt werden. Barbara Grüttner.

Über die Bestimmung von Spuren Aluminium mittels Aluminon in Zink und Zinklegierungen berichten E. F. Pellowe und F. R. F. Hardy[1]. Störende Eisen(III)-Ionen werden in 20 ml der Lösung des Metalls bzw. der Legierung mit 2 ml 10%iger Thioglykolsäurelösung maskiert; auch Zinn wird komplex gebunden und stört in Gehalten bis zu 10% nicht. Das gleiche Reagens gibt mit Kupfer eine grüne Färbung. Diese stört, sofern der Cu-Gehalt klein ist, die nachfolgende photometrische Messung nicht. Bei mehr als 1% Cu muß der Meßfehler bei der Errichtung der Eichkurve durch Zusatz entsprechender, bekannter Cu-Mengen kompensiert werden. Blei erzeugt mit Thioglykolsäure nach einiger Zeit eine störende Trübung. Nach der Maskierung der Störelemente in einem aliquoten Anteil (20 ml) der Analysenlösung stellt man mit 15mal der acetatgepufferten Reagenslösung (siehe unten) den p_H-Wert auf etwa 5,15. Hierauf erhitzt man die Lösung 4 min im siedenden Wasserbad (in Anwesenheit von Cu und Pb nur 3 min, da sonst Trübungen auftreten), kühlt ebenso lange mit kaltem Wasser und läßt sie dann 20 min lang in einem Wasserbad von etwa 17° C. Anschließend mißt man ihre Absorption bei 546 mμ gegen eine gleichartig behandelte Leerprobe. Die Extinktion hängt stark von der Temperatur ab. Schwankungen von etwa ± 3° C verschieben den Meßwert um ± 4%. Bei Einhaltung aller Bedingungen betragen die Analysenfehler 1—3%. — *Gepufferte Reagenslösung*[2]. Man fügt eine Lösung von 0,250 g Aluminon (Ammoniumsalz der Aurintricarbonsäure) in 50 ml Wasser zu einer filtrierten Lösung von 125 g Ammoniumacetat in 250 ml Wasser und 20 ml Eisessig, versetzt unter Schütteln mit einer Lösung von 0,50 g Benzoesäure in 20 ml Methanol in kleinen Portionen, ergänzt auf 500 ml und vermischt mit 250 ml Glycerin (zur Stabilisierung des Farblackes). Die Lösung ist in dunkler Flasche monatelang haltbar. H. Specker.

Für die colorimetrische Bestimmung kleiner Antimonmengen in Zink, Aluminium, Zinn und deren Legierungen empfiehlt M. Jean[3] sein bereits früher[4] beschriebenes Verfahren, das auf der Farbmessung der mit Methylviolett erhaltenen blauen Lösung beruht[5]. Der Verf. verfährt im wesentlichen wie früher, nur wird bei 615 mμ statt bei 600 mμ gemessen. — *Antimonbestimmung in Zink.* Man löst 10 g Probe in 50 ml Salpetersäure (1,33) — 50 ml Wasser, fügt 5 ml 1%ige $FeCl_3$-Lösung und 100 ml 1:5 verdünnte Ammoniaklösung zu und erhitzt zum Sieden, wobei sich der größte Teil von Zn und Cu löst. Nach dem Filtrieren und Waschen mit ammoniakalischem Wasser löst man den Niederschlag mit 20 ml warmer Salpetersäure (1,33) vom Filter, versetzt die Lösung mit 5 ml konz. Schwefelsäure

[1] Analyst (London) **79**, 225—229 (1954). Crittall Manufact. Co., Ltd., Braintree, Essex (England).

[2] Vgl. auch Luke, C. L., and K. C. Braun: Analyt. Chemistry **24**, 1120 (1952); vgl. diese Z. **140**, 307 (1953).

[3] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **7**, 462—469 (1952).

[4] Chim. analytique **31**, 271 (1949); vgl. diese Z. **131**, 440 (1950).

[5] Vgl. auch H. Gotô und Y. Kakita: Science Rep., Res. Inst. Tôhoku Univ., Ser. A **4**, 582, 589 (1952); vgl. diese Z. **139**, 220 (1953).

und verdampft bis zum Rauchen. Man nimmt mit 50 ml Wasser auf, fügt 100 ml konz. Salzsäure und 50 ml Wasser zu, kocht auf und erhitzt mit 10 g Natriumhypophosphit und (falls Sn anwesend ist) mit 10 g Oxalsäure, bis die Lösung farblos ist. Dann gibt man 1 g Blattkupfer (100 × 25 mm), zu einer Spirale gerollt, in die Flüssigkeit, kocht 1 Std gelinde, taucht die Spirale hierauf kurz in 50 ml Wasser, das entfernt und durch 40 ml Salzsäure (1,18) und 1—2 ml Chlorsäure (1,12) ersetzt wird. Bei vorsichtigem Erwärmen auf 60° C entsteht eine dunkelbraune, fast schwarze Lösung, die wie früher[1] angegeben weiter behandelt wird. — *Für die Bestimmung von Antimon in Al-Legierungen* läßt man auf 5 g 80 ml 20%ige Natronlauge einwirken, gibt danach 100 ml konz. Salzsäure und 1 ml Chlorsäure hinzu, verdünnt auf 200 ml, kocht bis das Chlor vertrieben ist, versetzt mit 10 g Natriumhypophosphit, kocht wieder und verfährt weiter wie bei der Bestimmung in Zinklegierungen. — Um *Antimon in Zinn* zu bestimmen, läßt man 1 ml Chlorsäure (1,12) und 40 ml konz. Salzsäure auf 1 g Einwaage einwirken und gibt allmählich noch etwa 4 ml Chlorsäure hinzu, so daß die Flüssigkeit durch Chlor immer leicht gelb gefärbt ist. Danach bringt man 1 g Kupferfolie hinein, wieder 1—2 ml Chlorsäure und erhitzt auf etwa 60° C. Die braune Lösung wird dann im Meßkolben mit Salzsäure (1,18) auf 50 ml aufgefüllt und wie oben weiter behandelt. — Die Methode ist zur Bestimmung kleiner Mengen von Antimon geeignet, z. B. für Zinklegierungen mit Sb < 0,015%, Aluminiumlegierungen mit Sb < 0,030% und Zinn mit Sb < 0,15%. G. Denk.

Zur Abtrennung des Kupfers bei der Cadmium- und Zinkbestimmung in Cd-Cu- und Zn-Cu-Legierungen verwendet M. M. Tillu[2] Natriumhydrogencarbonat. Die basischen Carbonate des Cadmiums und des Zinks werden durch gesättigte $NaHCO_3$-Lösung gefällt, Cu^{II} bleibt dabei in Lösung. Nach ½stündigem Stehen auf dem Wasserbad filtriert man, wäscht den Niederschlag zunächst mit gesättigter $NaHCO_3$-Lösung, dann mit heißem Wasser, bis er von Cu, Cl und Alkali befreit ist, und bestimmt anschließend das Cd und Zn nach der von Tillu[3] beschriebenen Methode. Die Genauigkeit liegt bei ungefähr ± 1%. K. Brodersen.

Aluminiumlegierungen. *Zur schnellen Bestimmung von Magnesium in Aluminiumlegierungen* verwendet J. C. Sergeant[4] die *Titration mit Äthylendiamintetraessigsäure (Komplexon)*. Dabei wird aus der Legierung zunächst die Hauptmenge an Al, Si und Zn mit Natronlauge herausgelöst und dann im Rückstand mit verd. Schwefelsäure das Magnesium in Lösung gebracht. Nach Zusatz von Ammoniumchlorid und Natriumacetat wird mit Brom das Mangan oxydiert, wobei auch gleichzeitig Cr, Fe und Al entfernt werden. Noch vorhandenes Nickel und Kupfer werden mit KCN maskiert und darauf Magnesium mit Komplexonlösung titriert.

Ausführung. Die Einwaage, je nach Mg-Gehalt 0,2—2 g, wird mit 15—50 ml 30%iger Natronlauge behandelt, auf 200 ml verdünnt, gekocht und dann durch Glasfiltertiegel (2) filtriert. Man wascht 4—5mal mit heißem Wasser, welches gegen Lackmus eben alkalisch gemacht ist, aus, kocht den Rückstand 1—2 min mit 15 ml 5%iger Schwefelsäure, filtriert und wascht mit heißem Wasser aus. Zum Filtrat gibt man 6—8 g NH_4Cl und 5 ml Bromwasser, kocht und versetzt mit (etwa 3ml) Ammoniak, bis die Lösung farblos ist. Dann werden weitere 20 ml Bromwasser und

[1] Chim. analytique **31**, 271 (1949); vgl. diese Z. **131**, 440 (1950).

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **8**, 337—338 (1953). Ramnarain Ruia College, Bombay (Indien).

[3] Tillu, M. M., and J. Telang: J. Univ. Bombay **5**, 134 (1942); M. M. Tillu: Analyt. Chemistry **24**, 1495 (1952); vgl. diese Z. **140**, 438 (1953).

[4] Metallurgia (Manchester) **48**, 261—262 (1953). T. J. Priestman Ltd., Birmingham (England).

2—3 g Natriumacetat zugegeben und wieder 1—2 min gekocht. Nach dem Filtrieren und Waschen mit heißem Wasser fügt man zur Lösung 5 ml Ammoniak (D 0,88) und KCN-Lösung zu, genügend um anwesendes Nickel und Kupfer komplex zu binden. Anschließend gibt man 9—11 Tropfen einer Lösung von Eriochromschwarz T (0,5 g + 4 g Hydroxylammoniumchlorid in 100 ml Alkohol) zu und titriert mit 0,1 n Komplexonlösung bis zum Umschlag nach blau. Die Bestimmung wird durch Calcium gestört.

Die Bestimmung kleiner Mengen Zinn in Aluminiumlegierungen kann nach M. Jean[1] *nephelometrisch* unter Verwendung von Nitrooxyphenylarsinsäure als Reagens durchgeführt werden. — *Ausführung.* Zu 4 g der Probe, mit einem Zinngehalt von höchstens 0,05% gibt man 20 ml Wasser und 45 ml Salzsäure in Anteilen von 10 ml, gegebenenfalls unter Zusatz von 0,15 g krist. Nickelchlorid, um die Auflösung zu beschleunigen. Wenn Kupfer als Rückstand bleibt, wird filtriert und mit lauwarmem Wasser gewaschen. Man oxydiert mit einigen Tropfen Chlorsäure (1,12), vertreibt das Chlor, gibt 100 ml Wasser und 20 ml 10%ige Natriumsulfatlösung hinzu und erwärmt auf 70° C. Am besten läßt man über Nacht bei Zimmertemperatur stehen, filtriert dann und wäscht erst mit einer Lösung, die im Liter 20 ml Salzsäure (1,18) und 1—2 ml der Natriumsulfatlösung enthält, und anschließend mit reinem Wasser. Das Filter wird mit 20 ml Schwefelsäure (1,84) abgeraucht, nach dem Erkalten werden 2 g Ammoniumpersulfat zugegeben und erhitzt. Ist die Flüssigkeit nach dem Erkalten nicht farblos, wird noch einmal mit 1 g Persulfat erhitzt, bis weiße Nebel entweichen. Nach dem Erkalten wird mit 50 ml Wasser aufgenommen, einige Minuten gekocht, im Meßkolben auf 100 ml verdünnt und davon 25 ml in einen 50 ml-Meßkolben pipettiert. Nun gibt man 10 ml Wasser, dann 10 ml der frisch bereiteten Reagenslösung hinzu, füllt zur Marke auf und photometriert bei λ = 425 mμ. Die Genauigkeit beträgt ± 3%. — Die Reagenslösung wird erhalten durch Auflösen von 1 g 3-Nitro-4-oxyphenylarsinsäure in 15 ml Methanol und Verdünnen mit Wasser auf 50 ml. Zur Aufstellung der Eichkurve werden Proben von je 4 g zinnfreiem Aluminium, denen wechselnde Mengen Zinnchlorid zugesetzt werden, ebenso behandelt. G. Denk.

Eine elektrolytische Schnellbestimmungsmethode von Wismut, Kupfer und Blei in Aluminiumlegierungen gibt G. Norwitz[2] in Weiterentwicklung seiner Bestimmungsmethoden[3] an. Kupfer wird dabei aus salpetersaurer, wasserstoffperoxydhaltiger[4] Lösung von Wismut und Blei getrennt. Durch Elektrolyse aus salpeterphosphorsaurer Lösung erhält man die Summe Kupfer und Wismut. Aus salzsaurer, Hydroxylaminchlorhydrat enthaltender Lösung scheiden sich Wismut, Kupfer und Blei ab. Die Genauigkeit beträgt ± 0,5%. — *Ausführung. Bestimmung von Kupfer.* Man löst 1 g der Probe in 22 ml 15%iger Natronlauge, verdünnt mit heißem Wasser auf 100 ml, fügt 35 ml Salpetersäure (1 : 1) zu, kühlt ab und verdünnt auf 150 ml. Nach dem Zugeben von 30 ml 3%iger Wasserstoffperoxydlösung elektrolysiert man 30 min bei 2 Amp/dm², gibt jedoch nach 15 min nochmals 10 ml 3%iges Wasserstoffperoxyd und weitere 10 ml am Ende der Elektrolyse dazu. Die Kathode wird mit Wasser und Alkohol gewaschen, 3 min bei 105° C getrocknet und gewogen. Die Wägung ergibt Kupfer. Zur *Bestimmung von Wismut* stellt man die gleiche salpetersaure Lösung wie oben her, verdünnt jedoch nicht auf 150 ml sondern auf

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **8**, 432—435 (1953). Paris.

[2] Metallurgia (Manchester) **47**, 157 (1953). Lab. G. Norwitz, Ridge Avenue, Philadelphia 32, Pa. (USA).

[3] Norwitz, G.: Metallurgia (Manchester) **43**, 46 (1951); vgl. diese Z. **134**, 450 (1952).

[4] Norwitz: G., diese Z. **131**, 412 (1950).

190 ml. Nach dem Zufügen von 3 ml Phosphorsäure elektrolysiert man 30 min bei 2 Amp dm². Nach gleicher Behandlung der Kathode ergibt die Wägung die Summe von Kupfer und Wismut. Die *Bleibestimmung* erfolgt durch Lösen von 1 g Probe in 30 ml Salzsäure (1 : 1), Zufügen von 15 ml 3%igem Wasserstoffperoxyd und Verkochen. Nach Verdünnen auf 190 ml und Zugabe von 8 g Hydroxylaminchlorhydrat kocht man 2 min und elektrolysiert die heiße Lösung 30 min bei 2 Amp/dm². Durch die Wägung der wie oben behandelten Kathode erhält man die Summe von Kupfer, Wismut und Blei. K. Brodersen.

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Chromatographische Verfahren bei Wertbestimmungen alkaloidhaltiger Drogen bespricht H. Böhme[1]. K. W. Merz und R. Frank[2] hatten gefunden, daß beim Passieren alkaloidhaltiger Tinkturen und Extrakte durch Al_2O_3-Säulen die von Begleitstoffen befreiten Alkaloide im Filtrat in Form ihrer Basen vorliegen und durch Titration ermittelt werden können. Diese Erscheinung ist nach der Feststellung von G. Siewert[3] durch den Alkaligehalt des zur Chromatographierung verwendeten Al_2O_3 bedingt. Die neuerdings von der Firma Woelm, Eschwege, entwickelten *basischen und neutralen Aluminiumoxyde* zeigen besonders in bezug auf ihren p_H-Wert konstante Eigenschaften. Mit ihrer Hilfe konnte Verf. u. Mitarb. die wichtigsten Alkaloide nach folgender Basenstärke ordnen: Atropin $4{,}5 \cdot 10^{-5}$, Chinin $1{,}0 \cdot 10^{-6}$, Codein $9{,}0 \cdot 10^{-7}$, Narcotin $1{,}5 \cdot 10^{-8}$ und Papaverin $8{,}0 \cdot 10^{-9}$. Während Codein-Narcotin- und Papaverinsalze in wäßriger *und* methanolischer Lösung durch alle Aluminiumoxyde zerlegt werden, gelingt dies bei den starken Basen Atropin und Chinin nur in methanolischer Lösung, was Verf. durch die in dieser Lösung auftretende Solvolyse erklärt. Unter Berücksichtigung dieser Gesichtspunkte gelang die *Bestimmung von Morphin in Opium und von Colchicin in Semen Colchici*[4]. K. Söllner.

Über die Bestimmung des Colchicins und die Wertbestimmung von Semen Colchici berichten H. Böhme und H.-J. Bolder[5]. Die Colchicinbestimmung beruht auf einer von W. Poethke und H. Trabert[6] für 8-Oxychinolin ausgearbeiteten Methode, bei der die Base mit Dragendorffs Reagens (Kaliumjodowismutatlösung) in saurer Lösung gefällt wird. Der abfiltrierte Niederschlag wird anschließend mit verdünnter Säure zersetzt und sein Jodgehalt durch Titration mit Kaliumjodatlösung nach dem Jodcyanidverfahren von R. Lang[7] ermittelt. Zur Gehaltsbestimmung von Colchicinhandelspräparaten werden diese zunächst in einem Chloroform-Methanolgemisch gelöst und zur Reinigung über eine Säule von Aluminiumoxyd (Woelm, alkalifrei) gegeben, worauf der Rückstand des Filtrats entweder gravimetrisch oder nach dem obigen Verfahren bestimmt wird. Zur Wertbestimmung von Semen Colchici wird die Droge mit 50%igem Methanol percoliert, der Trockenrückstand des Auszugs in Wasser gelöst und über Al_2O_3 (Woelm, alkalifrei) filtriert. Aus dem angesäuerten Filtrat wird das Colchicin mit Chloroform extrahiert und

[1] Dtsch. Apotheker-Ztg. **1954**, 365—367. Univ. Marburg.
[2] Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **275**, 345 (1937).
[3] Ber. dtsch. chem. Ges. **76**, 210 (1943); vgl. diese Z. **126**, 109 (1943).
[4] Vgl. das folgende Referat.
[5] Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **287**, 147—160 (1954). Univ. Marburg.
[6] Pharmaz. Zentralh. Deutschland **91**, 284 (1952); vgl. diese Z. **139**, 315 (1953).
[7] Z. anorg. allg. Chem. **122**, 332 (1922); vgl. diese Z. **67**, 42 (1925/26).

dann wie oben beschrieben weiterbehandelt. Der Zeitaufwand für eine Bestimmung, die nur 5—6 g Droge erfordert, ist geringer als bei den bisherigen Verfahren.
H. Sperlich.

Zum papierchromatographischen Nachweis von Nicotin, Nornicotin und Anabasin verwendet E. Wegner[1] die von D. Kraft[2] entwickelte Arbeitsweise auf gepuffertem Filtrierpapier. Verf. stellte fest, daß eine optimale Trennung der drei Alkaloide im Bereich von p_H 7,0—7,25 erfolgt. Zur Sichtbarmachung der Tabakalkaloide werden die Papierstreifen nach E. Werle und J. Koch[3] mit Anilin-Phosphatpuffer besprüht und dann mit Bromcyandämpfen behandelt, wobei infolge Bildung von Polymethinfarbstoffen intensiv gefärbte Flecken auftreten. Anschließende Behandlung des Papiers mit 20%iger Sodalösung ermöglicht eine zusätzliche Differenzierung der 3 Alkaloide: Nicotin bleibt unverändert gelb, Nornicotin wird braunrot, Anabasin rosa. An Stelle von Anilin können auch 1-Phenyl-3-methylpyrazolon, Barbitursäure oder Thiobarbitursäure verwendet werden, wobei ähnliche Farbreaktionen eintreten.
H. Sperlich.

Die polarographische Bestimmung des Morphins nach der Methode von H. B. Rasmussen[4] kann nach Versuchen von B. Jámbor[5] auch zur Durchführung von raschen Serienanalysen von Pflanzenextrakten verwendet werden. Die eigene Farbe der Lösung sowie die Nebenalkaloide stören nicht und die Parallelversuche liefern übereinstimmende Werte.
J. Plank.

Zur papierchromatographischen Trennung von Sulfonamiden empfiehlt G. Wagner[6], das Filtrierpapier mit sauren bzw. basischen Pufferlösungen zu imprägnieren (Verf. verwendet 4%ige Lösungen von KH_2PO_4 und $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$) und mit wassergesättigtem n-Butanol zu entwickeln. Vor der Auftragung werden die Substanzen heiß in Pyridin gelöst.
H. Sperlich.

Die quantitative polarographische Bestimmung von Oxytetracyklin (Terramycin) und Chlortetracyklin (Aureomycin) nebeneinander kann nach J. Doskočil[7] in einer 0,2 m Phosphatpufferlösung von p_H 8,1—8,3 durchgeführt werden. Es treten 2 Stufen auf, von welchen die negativere (—1580 mV gegen die gesätt. Kalomelelektrode) dem Gehalt des Oxytetracyklins, die positivere (—1450 mV) der Gesamtkonzentration beider Antibiotica entspricht. — *Ausführung.* Die zu prüfende Lösung, die beide Antibiotica in einer Gesamtkonzentration von 1 mg/ml enthalten soll, wird mit 0,2 m Phosphatpufferlösung von p_H 8,1—8,3 auf das 10fache verdünnt und nach Entfernen des Sauerstoffs im H_2- oder N_2-Strom ab —800 mV polarographiert. Als Anode kann eine Quecksilberschicht dienen. Unter den gleichen Bedingungen werden Standardlösungen des reinen Oxytetracyklins und des reinen Chlortetracyklins gemessen. Man kann noch 5% Oxytetracyklin neben Chlortetracyklin, oder 10% des letzten neben Terramycin erkennen. Die Genauigkeit beträgt 5—10%.
H. Kurtenacker.

[1] Naturwissenschaften **40**, 580—581 (1953). Bundesanst. f. Tabakforsch., Forchheim b. Karlsruhe.

[2] Pharmazie **8**, 251 (1953); vgl. diese Z. **142**, 122 (1954).

[3] Naturwissenschaften **38**, 333 (1951).

[4] Bul. Sed. Inst. Pharm. **1947**, 233; Rasmussen, H. B., C. Hahn und K. Ilver: Dansk Tidsskr. Farmaci **19**, 41 (1954). C. A. **39**, 5405 (1945).

[5] Agrokémia és talajtan **1**, 201—210 (1951) (dtsch. Zus.fass.) [Ungarisch]. Ung. Akad. Wiss., Budapest.

[6] Pharmazie **9**, 123—124 (1954). Greifswald, Soldtmannstr. 23.

[7] Pharmazie **9**, 394—395 (1954). Forsch.-Inst. f. Antibiotika, Roztoky bei Prag.

Namen- und Sachverzeichnis zum 143. Band.

Namenverzeichnis.

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung.)

Abelin, I., und Raaflaub, J. Bestimmung des Kreatins mit Diacetyl in Organen 394.

Acker, L., und Bücking, H. Bemerkungen zur Cholinbestimmung nach Roman 352 [Or].

Adam, J., siehe Doležal, J.

Adelberg, E. A. Papierchromatographische Bestimmung von 1,2-Glykolen 372.

Aderhold, W., siehe Machemer, H.

Agarwal, R. P., siehe Taimni, I. K.

Agazzi, E. J., siehe Campanile, V. A.

Ahlén, L., und Samuelson, O. Trennung von Ameisensäure und Formaldehyd in sulfithaltigen Abwässern 75.

Ahrens jr., E. H., siehe Craig, L. C.

Airan, J. W., und Barnabas, J. Papierchromatographische Trennung von Malein- und Malonsäure 448.

Akiyama, T., und Fujiwara, M. Indirekte Bestimmung von Magnesium 48.

Albert, Ph., siehe Talbot, J.

Aldrovardi, R., siehe de Lorenzi, F.

Alimarin, I. P., und Poljanskij, V. N. Abtrennung von Molybdän durch Extraktion in Äther 306.

Allan, W. J., und Beamish, F. E. Bestimmung von Osmium nach dem Probierverfahren 62.

Almásy, G., und Pallai, I. Colorimetrische Bestimmung kleiner Acetylenmengen 315.

Alther, R., siehe Büchi, J.

Ameyama, M., siehe Tatsumi, Ch.

Amin, A. M., siehe Flaschka, H.

Anderegg, G., Flaschka, H., Sallmann, R., und Schwarzenbach, G. Neuer, auf Erdalkali-Ionen ansprechender Indicator 297.

Anderson jr., J. A., siehe Williams, R. B.

Andress, K. R., und Wüst, K. Fällung von hochpolymerem Metaphosphat mit Benzidinhydrochlorid 94.

Angeletti, E., und di Modica, G. Chromatographische Bestimmung von Arbutin und Methylarbutin 395.

Anger, V., siehe Feigl, F.

Antoni, W., und Appel, E. Kennzeichnung niedriger Alkohole C_1—C_5 durch die eutektischen Temperaturen ihrer Xanthogenate mit Dicyandiamid 114 [Or].

Antweiler, R. J., siehe Tiselius, A.

Aoyama, M., siehe Fujita, A.

Appel, E., siehe Antoni, W.

Armstrong, W. D., siehe Lindenbaum, A.

von Arnim, K., siehe Grassmann, W.

Arnold, R. C., Launer, Ph. J., und Lien, A. P. Nachweis von Cyclohexanthiol in hochschwefelhaltigem Roherdöl 146.

Arribas-Jimeno, S., siehe Burriel-Martí, F.

Artigas, J., siehe Buscaróns, F.

Aruina, A. S. Ultrarotspektroskopische Kohlenoxydbestimmung in Luft 141.

Ashmore, S. A., und Savage, H. Papierchromatographische Abtrennung kleiner Phenolmengen aus Handelskresylsäuren 375.

Assarsson, G. O., und Bokström, J. M. Bestimmung von ungebundenem Kalk in Silicatprodukten 80.

Augustinsson, K.-B., und Grahn, M. Chromatographische Trennung der Cholinester 393.

Auméras, M., Minangoy, R., Bonnot, L., und Laugrost, B. Ultrarotspektroskopische Analyse von Phenol-Kresolgemischen 118.

Avilov, A. A., siehe Chorosaja, E. S.
Axelrod, B., siehe Bandurski, R. S.

Babko, A. K. Über Reduktorbüretten 198 [Or].
Bacon, A. Photometrische Bestimmung von Aluminium in Mg-Legierungen 459.
Badger, G. M. The Structures & Reactions of Aromatic Compounds 313 [L].
Badley, J. H., siehe Campanile, V. A.
Badoz-Lambling, J. Coulometrische Gehaltsbestimmung von Salzsäure 437. — Bedingungen für 100%ige Stromausbeute bei elektrochemischen Oxydationen 285.
Badoz-Lambling, J., und Gauguin, R. Gleichungen der polarographischen Stufen 284.
El-Badry, H. M., McDonnel, F. R. M., und Wilson, C. L., Mikrotrennungsverfahren unter Verwendung von Schwefelwasserstoff 43.
El-Badry, H. M., und Wilson, C. L. Qualitative und halbquantitative anorganische Mikroanalyse 42. — Trennung und Identifizierung von Blei, Quecksilber(I), Silber und Wolfram 43. — Halbquantitative Abschätzung der Ionen der II. Gruppe 44. — Halbquantitative Bestimmung von Vanadium als Bleivanadat 44.
Bähr, G., Bieling, H., und Thiele, K.-H. Zur jodometrischen Arsenbestimmung in arsenorganischen Verbindungen mit Centigramm-Einwaagen (mit einer Notiz zur Kenntnis der Phenylarsonsäure) 103 [Or].
Bagnall, H. H., und Stock, F. G. Spektrophotometrische Bestimmung von Vitamin A 154.
Bailar jr., J. C. Inorganic Syntheses 361 [L].
Baker, A. W., Wright, N., und Opler, A. Lochkartenmethode zur Identifikation von Ultrarotspektren organischer Verbindungen 282.
Baker, R. G. Chromatographie höherer Fettsäuren 236.
Balázs, O. Bestimmung von Zucker und Phosphat in Gäransätzen 139.
Ball, J. S., siehe Kinney jr., I. W.
Bandurski, R. S., und Axelrod, B. Papierchromatographische Technik 318.
Banks, Ch. V., siehe Voter, R. C.
Banks, J. Komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg in silicathaltigem Material 207.
Banus, M. D., und Vetrano, J. B. Bestimmung kleiner Gehalte an wasseraktiven Hydriden 130.
Barnabas, J., siehe Airan, J. W.
Baron, H. Vereinfachte Bestimmung des Bors in Pflanzen mit 1,1′-Dianthrimid 339 [Or].
Barrett, F. C., siehe Brimley, R. C.
Barrit, M. M. Kreatinbestimmung 394.
Barton, G. M., Evans, R. S., und Gardner, J. A. F. Papierchromatographische Bestimmung phenolischer Verbindungen 375.
Bassett, E. G., siehe Sproston jr., T.
Bassett, L. G., siehe Wiberley, St. E.
Bate-Smith, E. C., siehe Brimley, R. C., and Barrett, F. C., Practical Chromatography 361 [L].
Bates, M. Schwefelbestimmung in Kohle mittels der Eschka-Mischung 387.
Baudisch, O., siehe Ellis, G. H.
Bauer, S. T., siehe Stopper, H. R.
Bayly, R. J., und Bourne, E. J. Trennung von Mono- und Oligosacchariden über die Benzylglykosylamine 316.
Bazen, J., siehe Flaschka, H.
Beamish, F. E., siehe Allan, W. J.
Bean, L., siehe Ingram, B. L.
Bechert, K., und Gerthsen, C. Atomphysik 433 [L].
Beck, M. Maßanalytische Bestimmung von Cer(IV) 226.
Beck, M. T., siehe Szabó, Z. G.
Beck, W., siehe Roth, H.
Belcher, R., und Gibbons, D. Quantitative Fällung von Sulfat-Ionen durch zweikernigen Kobaltkomplex 101.
Belcher, R., Gibbons, D., und West, T. S. Komplexometrische Untersuchung von Bariumsulfat 210. — Maßanalytische Sulfatbestimmung 216.

Belcher, R., Kapel, M., und Nutten, A. J. Zusammenhang zwischen Löslichkeit der Sulfate und Struktur benzidinähnlicher Amine 57. — Volumetrische Bestimmung von Sulfat mit 4,4′-Diaminotolan 58.

Belcher, R., und Nutten, A. J. Substituierte Benzidine und verwandte Verbindungen als Reagenzien zur Fällung von Sulfaten 132.

Belcher, R., Nutten, A. J., und Stephen, W. I. 4-Amino-4-chlordiphenyl als Fällungsreagens 100, 101. — 4-Amido-4′-halogendiphenyle zur Sulfatfällung 132.

Beljakov, A. A., siehe Lipina, T. G.

Bell, R. N. Bestimmung von Natriumpolyphosphat 304.

Bell, R. N., Wreath, A. R., und Curless, W. T. Bestimmung von Natriumtripolyphosphat 304.

Benedetti-Pichler, A. A. Apparate und Geräte zur anorganischen Mikroanalyse 43.

Benham, G. H., und Klee, L. J. Jodzahlbestimmung 149.

Benesch, R., siehe Benesch, R. E.

Benesch, R. E., und Benesch, R. Entfernung des Sauerstoffs bei polarographischen und amperometrischen Bestimmungen 436.

Berck, B. Bestimmung von DDT in Flußwasser 233.

Bergamini, C., und Versorese, W. Zusammenhang zwischen optischer Dichte und Ionenkonzentration bei der Ringpapierchromatographie 288.

Bergmann, F. Colorimetrische Bestimmung von Amiden als Hydroxamsäure 370.

Bergmeyer, H.-U. Kinetische Analyse 281.

Bergner, K. G., und Sperlich, H. Papierchromatographischer Nachweis von Glykolen und mehrwertigen Alkoholen 371. — Papierchromatographischer Nachweis von Glycerin und Glykolen in Tabak 384.

Bergshoeff, G., siehe Karsten, P.

Berkhout, H. W., und Jongen, G. H. Kobaltbestimmung mit Nitroso-R-Salz 136.

Berkman, S., siehe Henry, R. J.

Bernt, E., siehe Wallenfels, K.

Berry, C. E., siehe Washburn, H. W.

Bertetti, J. Bestimmung von Schwefel in unlöslichen Sulfiden 142. — Identifizierung von aliphatischen Aminen 368. — Papierchromatographisches Verhalten von aliphatischen primären, sekundären und tertiären Aminen und Polyaminen 369.

Berton, A. Bestimmung von Selen und Selendioxyd in der Luft 72.

Besso, Z., Monnier, D. M., und Wenger, P. E. Bestimmung von Tryptophan und Tyrosin 242.

Besson, J. Zinnbestimmung durch Destillation in Siliciumbronzen 54.

Besson, J., und Budenz, R. Zinnbestimmung durch Destillation des Jodids 54.

Beyreder, J., und Rettenbacher-Däubner, H. Papierchromatographische Trennung von Tauro-, Glyko-, Desoxy-Dehydrocholsäure und Cholsäure 398.

Bharucha, N. R., siehe Mehta, S. M.

Bhattacharya, S. C., siehe Guha-Sircar, S. S.

Biedermann, W., und Schwarzenbach, G. Komplexometrische Zinkbestimmung 210, 385.

Bieling, H., siehe Bähr, G.

Bigwood, E. J., siehe Dustin, J. P.

Binkley, F., siehe Nakamura, K.

Bister, F., und Wolff, J. H. Bestimmung von Mandelsäure im menschlichen Gallensaft 398.

Blachly, C. H., siehe Williams, D. D.

Blasius, E., und Negwer, M. Trennung kleiner Mengen Gallium von Eisen mit einem stark basischen Anionenaustauscher 257 [Or].

Blažek, Z., und Böswart, J. Bestimmung der Alkaloide des Mutterkorns 153.

Block, R. Lösungsmittel zur papierchromatographischen Bestimmung von Aminosäuren 453.

Bode, H. Systematische Untersuchungen über die Anwendbarkeit der Diäthyldithiocarbaminate in der Analyse. II. Mitteilung. Die Bildung der Metall-Diäthyldithiocarbaminate und ihre Extrahierbarkeit in Abhängigkeit vom p_H-Wert der Lösung 182 [Or]. — Manganbestimmung mit Dithiocarbaminaten 426.

Bode, H., und Ludwig, H. Chemisches Praktikum für Mediziner 157 [L].

Böhle, E., und Fischer, H. Colorimetrische Bestimmung von Eiweiß in Körperflüssigkeiten und Geweben 160.

Böhme, H. Chromatographische Wertbestimmung alkaloidhaltiger Drogen 463.

Böhme, H., und Bolder, H.-J. Bestimmung des Colchicins in Semen Colchici 463.

Böhme, H., und Opfer, H. Nachweis von Adipinsäure in Lebensmitteln 140.

Böltz, G., siehe Nielsch, W.

Böswart, J., siehe Blažek, Z.

Bogdanova, A. V., siehe Šostakovskij, M. F.

Bojkina, B. S., siehe Peregud, E. A.

Bokström, J. M., siehe Assarsson, G. O.

Bolder, H.-J., siehe Böhme, H.

Bolle, S., siehe Burriel, F., sowie Burriel-Martí, F.

Bolle-Taccheo, S., siehe Burriel-Martí, F.

Bonnot, L., siehe Auméras, M.

Bordoni, C., Galvanometrische Analyse 362.

Borel, E., und Deuel, H. Zuckerbestimmung mit 3,4-Dinitrobenzoesäure 450.

Boser, H., Genaue Bestimmung von Aminosäuren auf Papierchromatogrammen 454.

Bosly, J., siehe Stainier, C.

Boulanger, F., Komplexverbindungen der seltenen Erden mit Trilon A und B 214.

Bourne, E. J., siehe Bayly, R. J.

Bovalini, E., und Casini, A. Dithizon als Indicator bei der komplexometrischen Bestimmung von Blei und Cadmium 215.

Bowman, F. C., und Scott, W. W. Bestimmung von Nitrat in Natriumnitrit 55.

Bowman, H. M., siehe Smith, J. J.

Bozon, H., und Bozon, S. Potentiometrische Bestimmung von Cr und Fe in Chromiten 77.

Bozon, S., siehe Bozon, H.

Braddock, L. I., Garlow, K. Y., Grim, L. I., Kirkpatrick, A. F., Pease, S. W., Pollard, A. J., Price, E. F., Reissmann, T. L., Rose, H. A., und Willard, M. L. Bildung und Untersuchung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von Carbonylverbindungen 67.

Bradshaw, G., siehe Mayer, A.

Brady, J., siehe Horton, W. S.

Bräuniger, H., und Raudonat, H. W. Analytik des Lokalanästheticums „Falicain" 155.

Brandstätter, M., siehe Kofler, L. und A. Thermo-Mikro-Methoden zur Kennzeichnung organischer Stoffe 365 [L].

Bratton, A. C., und Marschall, E. K. Diazoreagens 400.

Brauer, G. Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 300 [L].

Brdička, R. Abhängigkeit des Halbstufenpotentials und des Grenzstromes 284. — Reduktionsstufe des $Co(H_2O)_5OH^+$-Ions 435. — siehe auch Koutecky, J.

Breuer, H., siehe Dirscherl, W.

Breusch, F. L. Lehrbuch der gesamten Chemie 279 [L].

Breyhan, Th. Ein colorimetrisches Verfahren zur Bestimmung von Tryptophan und Tyrosin in Kartoffelpreßsäften 241 [Or].

Bricker, C. E., und Sweetser, Ph. B. Titration von Eisen und Uran nebeneinander 308. — siehe auch Sweetser, Ph. B.

Brilmayer, C., Kohler, A., und Mack, A. Spektrophotometrische Bestimmung von Trypaflavin im Harn 319.

Brimley, R. C., und Barrett, F. C. Practical Chromatography 361 [L].

Brindle, H., Carless, J. E., und Woodhead, H. B. Nachweis der Mutterkornalkaloide 153.

Britske, E. V., und Dragunow, S. S. Bestimmung von Pyrophosphat 386.

Brockmann, H., und Meyer, E. Titration von aromatischen Nitroverbindungen in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Brooks, F. R., siehe Campanile, V. A.

Brooksbank, W. A., Leddicotte, G. W., und Mahlmann, H. A. Bestimmung von Spurenelementen durch Aktivierungsanalyse 236.

Brookshire, R. K., siehe Freund, H.

Brown, E. G. Anwendungsmöglichkeiten der Komplexone in der metallurgischen Analyse 201. — Titration von Natriumchlorit mit Natriumarsenit mit Osmiumsäure als Katalysator 309.

Brown, E. G., und Hayes, T. J. Nebeneinanderbestimmung von Zn und Mg mit KomplexonIII-lösung 211.

Brügel, W. Einführung in die Ultrarotspektroskopie 280 [L].

de Bruin, A. S., siehe Mossel, D. A. A.

Brun, J., und Vezinet, P. Bestimmung von Alkohol in Traubentrestern 378.

Brunhuber, E. Legierungshandbuch der Nichteisenmetalle 383 [L].

Brunisholz, G., Genton, M., und Plattner, E. Komplexometrische Bestimmung von Calcium neben Phosphat mit Hilfe von Anionenaustauschern 204.

Brunisholz, G., und Germano, A. Apparat zur automatischen Sammlung von Eluatfraktionen in der Säulenchromatographie 286.

Buchanan, J. E., Decker, C. A., und Long, A. G. Nachweis von nicht sauren Glykolen auf Papierchromatogrammen 373.

Budenz, R., siehe Besson, J.

Büchi, J., Alther, R., und Soliva, M. Überarbeitung der Ammoniakbestimmungsmethode mit Nesslers Reagens 227.

Bücking, H., siehe Acker, L.

Burford, M. G., siehe Caley, E. R.

Burk, D., siehe Wight, K.

Burkhardt, R., siehe Hennig, K.

Burriel, F., und Gallego, R. Colorimetrische Bestimmung von Kobalt mit Nitroso-R-Salz 135.

Burriel, F., und Lucena, F. Reduktionen mit Quecksilber oder Quecksilber(I)-salz 295.

Burriel, F., Lucena-Conde, F., und Bolle, S. Reduktionswirkung von Hg in Gegenwart von Komplexbildnern 61.

Burriel-Martí, F., Lucena-Conde, F., und Arribas-Jimeno, S. Quecksilber(I)-salz als reduktometrisches Reagens in alkalischer Lösung 295.

Burriel-Martí, F., Lucena-Conde, F., und Bolle, S. Bestimmung von Cyanoferrat(II) mit Cyanid neben Cer(IV)-sulfatlösung 131.

Burriel-Martí, F., Lucena-Conde, F., und Bolle-Taccheo, S. Erhöhung der reduzierenden Wirkung von metallischem Quecksilber in Gegenwart komplexbildender Ionen 295.

Burill, A. M., siehe Underwood, A. L., sowie Wiberley, St. E.

Burris, R. H., siehe Zbinovsky, V.

Burrows, S., Grylis, F. S. M., und Harrison, J. S. Papierchromatographische Trennung organischer Phosphorsäureester 318.

Burton, R. B., Zaffaroni, A., und Keutmann, E. H. Behandlung von Papier zur chromatographischen Trennung von Corticosteroiden 320.

Buscaróns, F., und Artigas, J. o-Thiolacetylamino-p-nitrophenol als analytisches Reagens 127.

Bussew, A. I. Colorimetrische und nephelometrische Wismutbestimmungsmethoden 57.

Caley, E. R., und Burford, M. G. Zinnbestimmung durch Destillation des Jodids 54.

Caley, E. R., und Simmons jr., G. A. Gravimetrische Bestimmung von Lithium als Trilithiumphosphat 44.

Callow, N. H., Callow, R. K., und Emmens, C. W. Berechnung der Harn-17-Ketosteroide 396.

Callow, R. K., siehe Callow, N. H.

Cama, H. R., und Morton, R. A. Spektroskopische Eigenschaften von Vitamin A_2 154.

Campanile, V. A., Badley, J. H., Peters, E. D., Agazzi, E. J., und Brooks, F. R. Sauerstoffbestimmung nach Schütze-Unterzaucher 65.

Carballido, O., Mafalda, R., und Gonzáles-Carreró, J. Nachweis von Bromiden in Alkalijodiden 134.

Carles, J. Mikrobestimmung von Hexosen 138.

Carless, J. E., siehe Brindle, H.

Caron, M., siehe Talbot, J.

Carson jr., W. N. Vermeidung des Übertitrierens bei automatischen Titrationen 122.

Carstens, C., siehe Kirsten, W.

Casini, A., siehe Bovalini, E.

Cecchini, L. P. Verbesserung am Beckman-Spektrophotometer 120.

Čemodanova, L. S., siehe Chalizova, O. D.

Cetini, G., siehe Milone, M.

Chain, E. B., siehe Pirt, S. J.

Chalizova, O. D., und Čemodanova, L. S. Summarische Bestimmung aliphatischer Aminoverbindungen in Luft 74.

Chang, L. T. Abhängigkeit der Wanderung chromatographischer Zonen von der Temperatur 439.

Charlot, G. Qualitative Inorganic Analysis. A New Physico-Chemical Approach 219 [L]. — Siehe auch Gauguin, R.

Chatterjee, B. G., Ramanoorthy, B., Dakshinamurti, C., und Gulati, K. C. Spektrophotometrische Schnellbestimmung von Nicotin in Tabak 153.

Chaudron, G., siehe Talbot, J.

Cheftel, R.-I., Munier, R., und Macheboeuf, M. Papierchromatographische Bestimmung von Carbonsäuren 448.

Chèvremont, M., und Frédéric, F. Histochemische Methode zum Nachweis von HS-Gruppen 401.

Chilton, J. M. Colorimetrische Bestimmung von Cu, Co und Ni als Diäthyldithiocarbaminate 222.

Chinard, F. P. Photometrische Bestimmung von Prolin und Ornithin 455.

Chism, P., siehe Patton, A. R.

Chlopin, N. Ja., siehe Litvinova, N. S.

Chorosaja, E. S., und Avilov, A. A. Bleistiftcolorimeter zur p_H-Messung 443.

Chrisp, J. D., siehe Watt, G. W.

Christopherson, H., und Sandell, E. B. Löslichkeit von Nickeldimethylglyoximat 62.

Cieleszky, V. Entstehung und Grundlagen der Polarographie 433.

Číhalík, J., siehe Přibil, R.

Cimbalista, L. I., siehe Komlev, A. I.

Clauss, H., siehe Kahlert, M.

Clayton, R. A., und Strong, F. M. Verteilungschromatographie einer homologen Serie flüchtiger primärer Amine 369.

Clements, L. M., siehe McIntire, F. C.

Cluley, H. J. Germaniumbestimmungsmethoden 52, 133.

Clusius, K., siehe Schumacher, E.

Čmutov, K. V., siehe Olšanova, K. M.

Codell, M., und Mikula, J. J. Photometrische Bestimmung von Chlorid in Titanschwamm 234.

Cohn, M. Nachweis von HS-Gruppen 401.

Concha, J., siehe Higuchi, T.

Conway, E. J. Halogenidbestimmung nach der Diffusionsmethode 367.

Cook, E. R. Berechnung der Harn-17-Ketosteroide 396.

Cook, E. R., und Rooks, M. E. Berechnung der Harn-17-Ketosteroide 396.

Cooper, M., siehe Fraenkel-Conrat, H.

McCormick, H. Apparat zur Bestimmung des Brechungsindexes von Eluatfraktionen 287.

Coursier, J., siehe Gauguin, R.

Cox, R. I. Bestimmung der C_{21}-Steroide 396.

Craig, L. C., Hausmann, W., Ahrens jr,. E. H., und Harfenist, E. J. Verwendung des Gegenstromverteilungsapparates 129.

Cront, P. D. Berechnung der Kresolgehalte aus Gemischen 119.

Cropper, F. R., und Heywood, A. Chromatographische Trennung von Fettsäuremethylestern in der Dampfphase 446.

Crouthamel, C. E., und Johnson, C. E. Spektrophotometrische Uranbestimmung 307.

Cruse, K. Fortschritte in der Konduktometrie, Potentiometrie, Polarographie, Amperometrie, Polarisationstitration, Hochfrequenztitration und Coulometrie 361.

Cueto, C., und Dale, W. E. Bestimmung von Pyrethrinen, Allethrin und Furethrin in Packmaterialien 237.

Curless, W. T., siehe Bell, R. N.

Currie, L. L. Jodzahlbestimmung von rohem Butyl-Kautschuk 150.

Curzon, G., und Giltrow, J. Nachweis von Aminosäuren mit aromatischen Aldehyden auf Papierchromatogrammen 451.

Čůta, F., und Kučera, Z. Jodzahl höherer Fettsäuren mit einer Doppelbindung 148.

Czajkowska, C., siehe Dustin, J. P.

Dakshinamurti, C., siehe Chatterjee, B. G.

Dale, W. E., siehe Cueteo, C.

Dammers, H. F., siehe Kortland, C.

Damron, Ch. M., und Dyer, H. M. Spektrophotometrische Bestimmung von 7-Oxy-2-acetylaminofluoren 159.

Dannenberg, E. Verwendung von Granules an Stelle von Reagenslösung 129.

Davenport, W. H., und Thomason, P. F. Colorimetrische Uranbestimmung 308.

Davis, L. R., und Smith, M. J. H. Komplexometrische Serienbestimmung von Ca im Serum 209.

Davis, R. Bestimmung des Verseifungsäquivalentes von niedrigsiedenden Estern 147.

De, A. K., siehe Majumdar, A. K.

Decker, C. A., siehe Buchanan, J. E.

Dehnert, J., siehe Hein, F.

Deijs, W. B., siehe Gallego, R.

Delahay, P., und Stiehl, G. L. Amperometrische Thalliumbestimmung 226. — Theorie des Polarogramms organischer Verbindungen 434.

Delande, N., siehe Lacourt, A.

Délépine, M. Dithiocarbaminate in der Analyse 425.

Desbaumes, P., siehe Deshusses, J.

Deshmukh, G. S., und Joshi, M. K. Die Bestimmung von Uran mit Alkalihexacyanoferrat(III) 334 [Or].

Deshusses, J., und Desbaumes, P. Bestimmung der Farbstoffe in Lippenstiften, Schminken und ähnlichen kosmetischen Präparaten 150. — Papierchromatographische Bestimmung der Farbstoffe in Lippenrot 151.

Desjobert, A., und Petek, F. Titerstellung von Normalsäuren 122.

Deuel, H., siehe Borel, E.

Deutschmann, J., siehe Mayer, A.

Dewald, W., und Schmidt, H. Titrimetrische Bestimmung von Pyrophosphat in Waschmitteln 386.

Diels, O. Einführung in die organische Chemie 312 [L].

Diemair, W., und Fresenius, W. Bestimmung von Vitamin C 358.

Diemair, W., Janecke, H., und Ott, D. Der Einfluß der UV-Bestrahlung auf die Eiweißstoffe der Milch 244 [Or]. — Der Einfluß der UV-Bestrahlung auf die Inhaltsbestandteile der Milch. II. Mitteilung 354 [Or].

Diemair, W., und Manderscheid, G. Bestimmung von Vitamin D_3 356.

Dihlmann, W. Papierchromatographische Trennung von Pyrazolonderivaten 317. — Papierchromatographischer Nachweis flüchtiger aliphatischer Amine 369.

Dillon, R. T., siehe van Slyke, D. D.

Dimler, R. J., siehe Jeanes, A.

Dimroth, K., und Meyer-Brunot, H. G. Titration von Purinbasen in wasserfreien Lösungen 399.

Dirscherl, W., und Breuer, H. Photometrische Bestimmung von Magnesium mit Eriochromschwarz T 224.

Dlugosch, G., siehe Smolarek, W.

Doadrio, A. Jodometrische Zinnbestimmung in Mineralien 142.

Doležal, J., und Adam, J. Polarographisches Verhalten von Uran 308. — Polarographische Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Eisen 312. — Siehe auch Přibil, R.

Mc Donnel, F. R. M., siehe El-Badry, H. M.

de Dortan-Sontag, Mme. Methode zur Analyse von ätherischen Ölen 152.

Doskočil, J. Polarographische Bestimmung von Oxytetracyklin und Chlortetracyklin 464.

Dragunow, S. S., siehe Britske, E. V.

Druschel, M. L., siehe Urone, P. F.

Ducet, G., und Kahane, E. Cholinbestimmung mittels Jodkaliumlösung 353.

Duncan, R. E. B., und Porteous, J. W. Papierchromatographische Identifizierung geradkettiger Fettsäuren 445.

Ďurovič, S. Polarographische Reihenuntersuchungen an Pyrrothin 437.

Dušinský, G. Polarographische Bestimmung einiger Anästhetica 391, 392.

Dustin, J. P., Czajkowska, C., Moore, S., und Bigwood, E. J. Chromatographische Bestimmung von Aminosäuren neben viel Kohlenhydraten 453.

Dutina, D., siehe Pepkowitz, L. P.

Duval, C. Nachweis und Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 220.

Dyer, F. J., siehe Rowson, J. M.

Dyer, H. M., Ross, H. E., und Morris, H. P. Diazotierungsmethode zur Bestimmung von 7-Oxy-2-acetylaminofluoren und 2-Acetylaminofluoren nebeneinander 160. — Siehe auch Damron, Ch. M.

Eberius, E. Wasserbestimmung mit Karl-Fischer-Lösung 280 [L].

Edman, P. Papierchromatographische Identifizierung von Aminosäuren 40.

Edsberg, R. L., siehe Siggia, S.

Edwards, D. G., siehe Jennings jr., E. C.

Eeckhout, J. Darstellung von p_H-Werten 444.

Egorova, E. N. Bestimmung von Kieselsäure in Silicaten 51.

Eitner, H. Refraktometrische Gesamteiweißbestimmung 395.

Eliott, J. H., siehe Moss, M. L.

Ellis, G. H., Zook, E. G., und Baudisch, O. Bestimmung von Bor mit 1,1′-Dianthrimid 339.

Emmens, C. W., siehe Callow, N. H.

Engelhardt, siehe Ley, H.

Entel, J., Ruof, C. H., und Howard, H. C. Chromatographische Trennung der Reaktionsprodukte bei der Hydrierung bituminöser Kohlen 387.

Erbacher, O., siehe Brauer, G. Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 301 [L].

Erdey, L., und Mázor, L. Oxydimetrische Bestimmung von zweiwertigem Vanadin 228.

Erskine, J. W., und Mitarb. Oxydimetrische Glycerinbestimmung 385.

Esposito, R. G., und Williams, W. L. Untersuchung von Penicillin in tierischem Futter 140.

Ettinger, R. H., Goldbaum, L. R., und Smith jr., L. H. Photometrische Bestimmung der Citronensäure in biologischen Flüssigkeiten 392.

Evans, R. S., siehe Barton, G. M.

Faber, J. S. Komplexometrische Ca-Bestimmung in pharmazeutischen Calciumpräparaten 208.

MacFadyen, D. A., siehe van Slyke, D. D.

Feigl, F. Spot Tests. Translatet by R. E. Oesper 279 [L]. — Spezifische, selektive und empfindliche Reaktionen 289. — Nachweis von 8-Oxychinolin durch Fluorescenz seiner Salze 377.

Feigl, F., Anger, V., und Frehden, O. Nachweis von Acetylcholin 153.

Feigl, F., und Feigl, H. E. Nachweis von primären, sekundären und tertiären Aminen mit geschmolzenem Kaliumrhodanid 68.

Feigl, F., und Mannheimer, W. A. Mikronachweis von Hydrazin 131, 132.

Feigl, H. E., siehe Feigl, F.

Feldmeijer, J. H., siehe Gallego, R.

Ferencz, V., und Veres, L. Bestimmung des Cumaringehaltes von Steinklee 152.

Ferguson, L. N. Electron Structures of Organic Molecules 313 [L].

Fernández-Pacheco-Vera, J. Zukkerbestimmung mit Fehlingscher Lösung 137.

Ferrett, D. J., und Phillips, C. S. G. Quecksilbertropfcapillaren 435.

Fesano, H. L., siehe Mennucci, L. A.

Fiedler, E., siehe Graf, E.

Fiedler, H. Chemisches Rechnen auf elementarer Grundlage in Form einer Aufgabensammlung 432 [L].

Fiedler, U. Nachweis von Chlorogen- und Kaffeesäure in Weißdorn 392.

Fiedler, U., Hildebrand, G., und Neu, R. Nachweis von Cholin und Acetylcholin im Weißdorn 153.

Figgis, B., und Gibson, N. A. Mikrobestimmung von Antimon mit Triphenylarsoniumjodid 304.

Fill, M. A., siehe Stock, J. T.

Fink, A. Refraktometer zur Analyse und Betriebskontrolle 300.

Finkelnburg, W. Einführung in die Atomphysik 432 [L].

Fischer, H., siehe Böhle, E.

Fischer, R. B., siehe Kramer, K. W.

Fischler, F., siehe Souci, S. W.

Flaschka, H. Anwendungsmöglichkeiten der Komplexone in der analytischen Chemie 201. — Indirekte komplexometrische Bestimmung von Silber und Halogenen 203. — Komplexometrische Mikrobestimmung von Ca und der Gesamthärte in Wasser 205. — Komplexometrische Bestimmung von Thallium 215. — Komplexometrische Titration von Mangan(II)-verbindungen 217. — Komplexometrische Bestimmung von Nickel und Zink 218. — Komplexometrische Mikrotitration von Palladium 218. — Siehe auch Anderegg, G., sowie Holasek, A.

Flaschka, H., und Amin, A. M. Komplexometrische Mikrobestimmung von Indium 214. — Komplexometrische Mikrobestimmung von Mangan 217.

Flaschka, H., ter Haar, K., und Bazen, J. Komplexometrische Mikrobestimmung von Th und Al 216.

Flaschka, H., und Holasek, A. Komplexometrische Ca-Bestimmung im Serum 209.

Flaschka, H., und Püschel, R. Über die Ausschaltung größerer Eisenmengen bei komplexometrischen Titrationen 330 [Or].

Fleming, R. Spezifische Reaktion auf Cystein 402.

Flynn, F. V., und de Mayo, P. Gerät für die Papierelektrophorese 41, 42.

Folin, O., und Looney, J. M. Bestimmung von Tryptophan und Tyrosin 244.

de Ford, D. D., siehe Pitts jr., J. N.

Ford, J. J., siehe Fritz, J. J.

Foreman, E. M., siehe Patton, A. R.

Forster, W. A. Colorimetrische Kupferbestimmung in pflanzlichem Material 144. — Nickelbestimmung in pflanzlichem Material neben anderen Metallen 145.

Fortune, W. B., und Mellon, M. G. Bestimmung von Eisen mit o-Phenanthrolin 60.

Foster, D. G. Elektrolytische Kupferbestimmung mit kontrolliertem Kathodenpotential 221.

Foster, M. D. Bestimmung von SiO_2 und Al_2O_3 in Tonmineralien 78.

Fowden, L. Anfärbung von Papierchromatogrammen 454.

Fraenkel-Conrat, H., und Cooper, M. Farbreaktionen von Eiweißstoffen 160.

Francotte, C., siehe Lacourt, A.

Frank, R., siehe Merz, K. W.

Franzke, C. Nachweis von Pferdefett in Rinder- und Schweinefett 384.

Fredenburgh, E. J., und Hecht, B. P. Nephelometrische Bestimmung der Serumglobuline 395.

Frédéric, F., siehe Chèvremont, M.

Frehden, O., siehe Feigl, F.

Freiser, H. Beständigkeit und analytische Verwendbarkeit von Metallchelaten 363. — Siehe auch Hedenburg, J. F., sowie Steinbach, J. F., und Walter, J. L.

Fresenius, W., siehe Diemair, W.

Freund, H., Wright, M. L., und Brookshire, R. K. Colorimetrische Wolframbestimmung 143.

Freytag, H. Beobachtungen über den Nachweis von HS-Gruppen 401 [Or].

Fricke, R., und Wagner, R., siehe Brauer, G. Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 301 [L].

Friedrichs, F. Das Glas im chemischen Laboratorium 281 [L].

Fritz, J. J., und Ford, J.J. Komplexometrische Bestimmung von Thorium 215.

Fritz, J. S., und Lisicki, N. M. Lösungsmittel zur Titration in nicht wäßrigen Lösungsmitteln 200.

Fučík, K., und Tichý, R. Papierchromatographischer Nachweis von Lobelin, Lobelanin und Lobelanidin 39.

Fuentes, V. J., siehe Vargas Fuentes, J.

Fujita, A., und Aoyama, M. Chromatographische Trennung und colorimetrische Bestimmung des freien und veresterten Vitamins A 380.

Fujiwara, M., siehe Akiyama, T.

Furter, M., und Meyer, R. E. Tocopherolbestimmung 155.

Furuya, K., siehe Imai, K.

Fuson, R. C., siehe Shriner, R. L.

Gallego, R., Deijs, W. B., und Feldmeijer, J. H. Bestimmung von Co-Spuren in biologischem und anderem Material 136. — Siehe auch Burriel, F.

Gallo, S. G., Wiese, H. K., und Nelson, J. F. Jodzahl von rohem Butyl-Kautschuk 150.

Ganguli, N. C., siehe Ray, G.

Gardiner, K. W., und Rogers, L. B. Coulometrische Bestimmung von Cd und Zn an mit Quecksilber bedeckter Platinelektrode 437.

Gardner, H. J., und Lyons, L. E. Neue Ergebnisse zur Theorie des Polarogramms organischer Verbindungen 433.

Gardner, J. A. F., siehe Barton, G. M.

Garlow, K. Y., siehe Braddock, L. I.

Gaskin, J. G. N., und Hands, G. C. Polarimetrische Rohrzuckerbestimmung 450.

Gasparič, J., siehe Jureček, M.

Gauguin, R. Potentiometrische Bestimmung der Redoxydation, Neutralisation, Komplexbildung und Fällung 284 — Siehe auch Badoz-Lambling, J.

Gauguin, R., und Charlot, G. Bedingungen für coulometrische Bestimmungen bei konstanter Stromstärke 285. — Amperometrie bei konstanter Spannung mit und ohne Bezugselektrode 286.

Gauguin, R., Charlot, G., und Coursier, J. Untersuchung der Polarisationskurven in Redoxsystemen 283.

Gaur, H. C., siehe Khosla, B.

Gauthier, B., und Maillard, J. Bromometrische Bestimmung von Derivaten der Mercaptoessigsäure 375. — Bromometrische Bestimmung von Thioacetalen und Thiolestern 376.

Gautier, J.-A., und Pellerin, F. Titration von Arzneimitteln in nicht wäßrigen Lösungen 388.

Gautier, J. A., und Pignard, P. Gravimetrische Borbestimmung 53. — Siehe auch Leroi, E.

Geerdes, J. D., Lewis, B. A., Montgomery, R., und Smith, F. Chromatographische Trennung von Zukkern mittels Hydrocellulose 449.

Geilmann, Waltraud, siehe Geilmann, W.

Geilmann, W., und Geilmann, Waltraud, Bilder zur qualitativen Mikroanalyse 219 [L].

Geilmann, W., und Wrigge, F. W. Natriumtetraphenyloborat als Reagens 254.

Geldmacher-Mallinckrodt, M. Nachweis und Unterscheidung von Zuckern durch Tüpfelreaktionen 138.

Gellis, S. S., siehe Hsia, D. Y.-Y.

Genton, M., siehe Brunisholz, G.

Gentry, C. H. R., und Sherrington, L. E. Colorimetrische Wolframbestimmung 143.

Germano, A., siehe Brunisholz, G.

Gerthsen, C., siehe Bechert, K.

Gertner, A., siehe Iveković, H.

Ghe, A. M., siehe Venturello, G.

Gibbons, D., siehe Belcher, R.

Gibor, A., und Kirk, P. Lipidbestimmung 394.

Gibson, A. R. Pipettenschalter zur Verminderung der Verdampfungsfehler in der Chromatographie 440.

Gibson, N. A. Übersicht über die Anwendung von Metallkomplexen in der analytischen Chemie 290. — Siehe auch Figgis, B.

Gillam, A. E., Henry, K. M., Kon, S. K., und White, P. Vitamin A-Verluste bei Bestrahlung der Milch 355.

Gilles, P. W., siehe Wise, E. M.

Gillis, J., Hoste, J., und van Moffaert, Y. Spektrophotometrische Bestimmung des Nickels mit Heptoxim 228.

Gillis, J., Hoste, J., und Pijck, J. Isonitrosodimedon 135.

Giltrow, J., siehe Curzon, G.

Giri, K. V., und Nigam, V. N. Papierchromatographische Trennung von Mono- und Oligosacchariden 316.

Giri, K. V., und Rao, N. A. N. Ringpapierchromatographie 380, 453.

v. Gizycki, F. Die quantitative Bestimmung von Äthylendiamin 350 [Or].

Glastonbury, H. A. Apparat zur Dead-stop-Endpunktsanzeige 121.

Glemser, O., und Schröder, H. Aufschluß organischer Verbindungen mit Hilfe von Permanganat 104. — Siehe auch Brauer, G. Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 301 [L], sowie Ziegler, M.

Glenn, R. A., Wolfarth, J. S., und de Walt jr., C. W. Refraktometer in der Säulenchromatographie 300. — Siehe auch Katz, M.

Gleu, K., und Schwab, R. Dithiocarbaminate in der Analyse 425.

Gössl, T., siehe Krüger, R.

Goldbaum, L. R., siehe Ettinger, R. H.

Goldblatt, L. A., siehe Planck, R. W.

Golub, O. J., siehe Henry, R. J.

Gonzáles-Carreró, J., siehe Carballido, O.

Gooda, A., siehe Tatsumi, Ch.

Gordon, L., Vanselow, C. H., und Willard, H. H. Methyloxalatmethode zur Fällung von Thorium 303. — Siehe auch Stine, C. R.

Gore, D. N., siehe Jones, A.

Goris, J.-E., und de Hauss, J.-L. Halbmikroanalyse von Chalkopyrit 77.

Gotô, H., und Kakita, Y. Mikrobestimmung von Silicium in Stahl 79.

Gottlieb, A., und Hecht, F. Photometrische Manganbestimmung 425.

Gottlieb, E., siehe Röse, B.

Grácová, L., siehe Okáč, A.

Graf, E., und Fiedler, E. Gehaltsbestimmung von Vitamin B_1 154.

Grahn, M., siehe Augustinsson, K.-B.

Grant, R. A., und Stitch, S. R. Pipettenschalter zur Verminderung des Verdampfungsfehlers in der Chromatographie 439.

Grassmann, W., und von Arnim, K. Reaktion auf Prolin und Ornithin 455.

Grassmann, W., und Hannig, K. Papierelektrophoretische Technik 246. — Papierchromatographische Technik und photometrische Auswertung 451.

Grat-Cabanac, M. Bestimmung kleiner Eisenmengen ohne Colorimeter 311.

Graue, G., und Zöhler, A. Komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg in Erzen und Schlacken 206.

Mc Gregor, R. R. Silicones and their Uses 72 [L].

Griess, W., siehe Machemer, H.

Griffith, R. B., und Jeffrey, R. M. Nicotinbestimmung im Tabak 153.

Grigoreva, L. F., siehe Kulberg, L. M.

Grim, L. I., siehe Braddock, L. I.

Grimaldi, F. S., siehe Levine, H.

Gross, A. M., siehe Roland jr., J. F.

Grote, W., und Krekeler, H. Schwefelbestimmung 275. — Bestimmung verschiedener Elemente in organischen Substanzen 366.

Grünwald, A. Bestimmung von Tetraäthylblei in Kraftstoffen 146.

Grüttner, B., siehe Jander, G.

Grylis, F. S. M., siehe Burrows, S.

Guagnini, O. A., siehe Vonesch, E. E.

Guagnini, S. V,. siehe Vonesch, E. E.

Guerrero, A. H., siehe Ramos, E. H.

Guest, R. J. Colorimetrische Kupferbestimmung mit 2,2′-Dichinolyl 45.

Guha-Sircar, S. S., und Bhattacharya, S. C. Nachweis und mikrogravimetrische Bestimmung von Kobalt 135.

Guillot, L., siehe Vizern, J.

Gulati, K. C., siehe Chatterjee, B. G.

Gutmann, H. R., siehe Peters, J. H.

Gwilt, J. R. Komplexometrische Sulfatbestimmung 216.

Gysel, H. Prozenttabellen organischer Verbindungen 314.

Haack, A., und Wieser, G. Verwendung der Präzisions-Wägepipette nach Pregl 129.

ter Haar, K., siehe Flaschka, H.

Haas, P., siehe Brauer, G. Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 301 [L].

Hänsel, R., siehe Hörhammer, L.

Häussler, E. P. Farbreaktion einiger Gallensäuren 398.

Hahn, F. L. Vorteile von Umkehrtitrationen 122. — Theorie der maßanalytischen Umschlagsschärfe 281. — Korrekte Darstellung der p_H-Werte 443. — Herstellung von Filterstäbchen und Hydrogencarbonatventilen 300. — Nachweis von Brom-Ion 18.

Hall, L. G., siehe Washburn, H. W.

Hall, R. T., siehe Moss, M. L.

Haller, H. L., siehe Schechter, M. S.

Halliwell, G. Maßanalytische Bestimmung von Oxalsäure 39.

Hamann, G., und Neumann, W. Komplexometrische Gesamthärtebestimmung des Wassers 203.

Hamburger, C. Berechnung der Harn-17-Ketosteroide 396.

Hamilton, P., siehe van Slyke, D. D.

Hands, G. C., siehe Gaskin, J. G. N.

Hanes, C. S., und Isherwood, F. A. Papierchromatographische Technik 318.

Hannig, K., siehe Grassmann, W.

Hanok, A., siehe Sobel, A. E.

Hansen, A. Chemische Bestimmung von Monobromessigsäure in Most, Obstsaft, Bier oder Wein 17 [Or].

Hardy, F. R. F., siehe Pellowe, E. F.

Harfenist, E. J., siehe Craig, L. C.

Harkness, N., siehe Strange, R. E.

Harris, F. J., siehe Raistrick, B.

Harris, G., und MacWilliam, I. C. Papierchromatographische Bestimmung von Zuckern 449.

Harrison, J. S., siehe Burrows, S.

Harting, H. Gasvolumetrische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 156.

Hartkamp, H., siehe Specker, H.

Hartmann, B. G., und Hillig, F. Gravimetrische Citronensäurebestimmung 39.

Harvey jr., Au. E., Komarmy, J. M., und Wyatt, G. M. Colorimetrische Mg-Bestimmung in Wasser mit Eriochromschwarz T 224.

Harwood, H. F., siehe Ismail, A. S.

Hashimoto, Y. Papierelektrophoretischer Nachweis von Triterpenoiden 41.

Hastings, S. H., siehe Williams, R. B.

Hausmann, W., siehe Craig, L. C.

de Hauss, J.-L., siehe Goris, J.-E.

El Hawary, M. F. S., und Thompson, R. H. S. Identifizierung der Ketosäuren des Blutes durch Papierchromatographie 317.

Hayes, R. A., siehe Schechter, M. S.

Hayes, T. J., siehe Brown, E. G.

Hayes, W. G., und Jones, E. W. Spektrophotometrische Bestimmung von Zirkonium 234.

Hazel, J. F., siehe Reiss, W.

Heatley, N. G., und Page, E. J. Bestimmung von elementarem Schwefel durch Ultraviolettabsorption 306.

Hecht, B. P., siehe Fredenburgh, E. J.

Hecht, F., siehe Gottlieb, A.

Hecht, H. Über die Fällbarkeit des Trimeta- und Tetrametaphosphat-Anions mit Benzidinhydrochlorid 93 [Or].

Heddon, M. W., siehe Mader, P. P.

Hedenburg, J. F., und Freiser, H. Bestimmung von Phenolen durch anodische Voltametrie 373.

Heertjes, P. M., Steyne, P. C., und Talsma, H. Bestimmung von Isobutanol, Äthanol und Methanol 368.

Heimann, W., Strohecker, R., und Matt, F. Papierchromatographische Bestimmung von Ascorbinsäure 381.

Hein, F., und Dehnert, J., siehe Brauer, G. Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 301 [L].

Heine, E. W. Bestimmung von Schwefel, Halogenen, Selen, Quecksilber und Kohlenstoff nach Grote-Krekeler 366.

Heinz, K., siehe Machemer, H.

Heiz, R. Titration von Barbitursäurederivaten in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Helger, B., und Rynninger, R. Trennung von Samarium und Lanthan von Uran 226.

Hennig, K., und Burkhardt, R. Polarographische Bestimmung von Kupfer und Zink in Weinasche 378, 379.

Henry, K. M., siehe Gillam, A. E.

Henry, R. J., Berkman, S., Golub, O. J., und Segalove, M. Fehlerquellen bei klinisch-chemischen Bestimmungen 158.

Hernández-Cañavate, J., siehe Sierra, F.

Heyndrickx, Au. Papierchromatographischer Nachweis von Cholin, Vitamin B_1, Vitamin B_2, Nicotinsäure und Nicotinsäureamid 390.

Heyrovský, J. Oscillographisch-polarographische Studien 380.

Higuchi, T., Concha, J., und Kuramoto, R. Titration sehr schwacher Säuren in wasserfreien Lösungsmitteln 199.

Hildebrand, G., siehe Fiedler, U.

Hillig, F., siehe Hartmann, B. G.

Hinkel, R. D., und Raymond, R. Halbmikrobestimmung von Sauerstoff in organischen Substanzen 65.

Hirst, E. L., und Jones, J. K. N. Chromatographische Zuckerbestimmung 451.

Hörhammer, L., und Hänsel, R. Bathochromie zwischen Flavonol und Zinkoxychlorid-Citronensäure 32.

Hogsett, J. N., Kacy, H. W., und Johnson, J. B. Titration von Allethrin in nichtwäßriger Lösung 237.

Hol, P. J. Komplexometrische Bestimmung von Sulfat, Calcium und Magnesium in Kochsalzlösungen 205.

Hol, P. J., und Leferink, G. H. Komplexometrische Bestimmung von Calcium in Kochsalzlösungen 205.

Holasek, A., und Flaschka, H. Komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg im Serum 208. — Siehe auch Flaschka, H.

Holleman, A. F., und Schuler, L. Einfache Versuche auf dem Gebiete der organischen Chemie 314 [L].

Hopton, J. W. Ameisensäurebestimmung mittels Reduktion von $HgCl_2$ zu Hg_2Cl_2 447.

Hornstein, I., siehe Schechter, M. S.

Hornychová, E., siehe Přibil, R.

Horton, W. S., und Brady, J. Sauerstoffbestimmung in Chrom nach dem Vakuumschmelzverfahren 78.

Hoste, J. Colorimetrische Kupferbestimmung 45. — Siehe auch Gillis, J.

Houle, C. G., siehe Wheeler jr., Ch. M.

Howard, H. C., siehe Entel, J.

Hsia, D. Y.-Y., Hsia, H.-H., und Gellis, S. S. Bestimmung von Bilirubin im Serum 399.

Hsia, H.-H., siehe Hsia, D. Y.-Y.

Hückel, W. Theoretische Grundlagen der organischen Chemie 313 [L].

Hume, D. N., siehe Lauw-Zecha, A. B. H.

Hunt jr., W. G. Indirekte komplexometrische Sulfatbestimmung im Wasser 216.

Hutchens, J. O., und Kass, B. M. Colorimetrische Bestimmung von Acetat-Ion 447.

Huybrechts, M. Chimie analytique appliquée à la métallurgie 456 [L].

Ibarz-Aznárez, J., und Miró-Plans, P. Bestimmung von 5- und 6wertigem Molybdän nebeneinander 133.

El Din Ibrahim, M. G., siehe Schöniger, W.

Ikeda, N., siehe Kimura, K.

Imai, K., und Furuya, K. Colorimetrische Bestimmung von Rutin in Blütenkeimen 390.

Ingols, R. S., siehe Munger, J. R.

Ingram, B. L., und Bean, L. Abtrennung des Mangans bei der Analyse von Zementen und Kalkstein 144.

Mc Intire, F. C., Clements, L. M., und Sproull, M. Reagens zur Bestimmung primärer und sekundärer Amine neben tertiären Aminen 69.

Irving, H. M., und Rossotti, F. J. C. Ätherextraktion der Metallhalogenide der IIIb-Gruppe 130.

Irving, H. M., und Williams, R. J. P. Selektivität organischer komplexbildender Reagenzien 126.

Isherwood, F. A., siehe Hanes, C. S.

Ismail, A. S., und Harwood, H. F. Hexaminfällung zur Bestimmung von Thorium 303.

Issa, I. M., und Khalifa, H. Molybdänelektrode für p_H-Bestimmungen 443.

Ivanova, Z. V. Photometrische Bestimmung von Thiophos 238.

Iveković, H., und Gertner, A. Bestimmung organischer Substanz in Wasser 232.

Iwasaki, I., Utsumi, S., und Ozawa, T. Katalytische Mikrobestimunmgsmethode von Jodid 310.

Jackson, C. Bestimmung des Kaliumgehaltes und der Natriumspuren in Kaliumsalzen 235.

Jackson, P. J. Komplexometrische Bariumsulfatbestimmung 210.

Jacquinot, M. Nachweis und Bestimmung von Tetrathionat 58.

Jakimec, E. M., siehe Stjunkel, T. B.

Jámbor, B. Polarographische Bestimmung des Morphins in Pflanzenextrakten 464.

Janák, J. Chromatographische Bestimmung von Edelgasen 442.

Janák, J., und Rusek, M. Chromatographische Halbmikroanalyse von Gasen 442. — Chromatographische Bestimmung von Distickstoffoxyd 442.

Janczak, W. Analyse von Chalkopyrit 77.

Jander, G., und Grüttner, B., siehe Brauer, G. Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 301 [L]. — Siehe auch Pfundt, O.

Janecke, H., siehe Diemair, W.

Jean, M. Spektrophotometrische Analyse von Leichtmetallegierungen auf Al-Basis 233. — Nephelometrische Bestimmung von Zinn in Al-Legierungen 462. — Colorimetrische Bestimmung von Antimon in Zink, Aluminium und Zinn 460.

Jeanes, A., Wise, C. S., und Dimler, R. J. Mehrfache Entwicklungsmethode in der Papierchromatographie 372.

Jeffrey, R. M., siehe Griffith, R. B.

Jelínek, M., siehe Přibil, R.

Jenness, R. Komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg neben Phosphat in Milch und Milchprodukten 204.

Jennings jr., E. C., und Edwards, D. G. Bestimmung von Methoxychlor 236.

Jensen, K. B., siehe Svendsen, A. B.

Jerchel, D., siehe Schmeiser, K.

Johnson, C. E., siehe Crouthamel, C. E.

Johnson, C. L. Volumetrische Bestimmung von Nitrat in Natriumnitrit 55.

Johnson, J. B., siehe Hogsett, J. M.

Jonckers, M. D. E. Komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg in Zuschlagmaterialien der Eisenindustrie 206.

Jones, A., Taylor, M. P., und Gore, D. N. Papierchromatographische Trennung der Vitamine der B-Gruppe, Nicotinsäure und Nicotinsäureamid 380.

Jones, E. W., siehe Hayes, W. G.

Jones, J. K. N., siehe Hirst, E. L.

Jones, L. R., und Riddick, J. A. Colorimetrische Bestimmung von sekundären Nitroparaffinen 370.

Jones, St. L., siehe Trenner, N. R.

de Jong, D. J. Bestimmung von Glucose in Urin 159.

Jongen, G. H., siehe Berkhout, H. W.

Jordan, J., siehe Kolthoff, I. M.

Joshi, M. K., siehe Deshmukh, G. S.

Jost, W., siehe Uhlich, H., Kurzes Lehrbuch der physikalischen Chemie 431 [L].

Julian, D. B., und Ruby, W. R. Platinelektrode zur Voltametrie 374.

Jureček, M., Večeřa, M., und Gasparič, J. Identifizierung von Dialkylsulfiden 68.

Kacy, H. W., siehe Hogsett, J. N.

Kahane, E., siehe Ducet, G.

Kahlert, M., und Clauss, H. Gehaltsbestimmung der Methylchlorsilane 151.

Kakita, Y., siehe Gotô, H.

Kalauch, C. Einfache p_H-Messung 443.

Kalisch, G., siehe Thies, H.

Kalvoda, R., und Macků, J. Anwendung der oscillographischen Polarographie 283.

Kapel, M., siehe Belcher, R.

Karabaš, A. G. Anwendung von Dithizon als Extraktionsindicator 298.

Karrer, P. Lehrbuch der organischen Chemie, 12. Aufl. 313 [L].

Karsten, P., Kies, H. J., und Bergshoeff, G. Reduktorbüretten 299.

Kass, B. M., siehe Hutchens, J. O.

Katz, M., und Glenn, R. A. Titrationen von Säuren oder Phenolen in Produkten der Kohlehydrierung in wasserfreien Lösungsmitteln 199.

Katz, S., siehe Leininger, E.

Kaufmann, E. Komplexometrische Ca- und Mg-Bestimmung im Serum 210.

Kaufmann, H. P. Arzneimittel-Synthese 387 [L].

Kaye, W. J., und Otis, M. V. Ultrarotspektroskopische Untersuchung von Hydrierprodukten 120.

Kehl, R., und Stich, W. Papierchromatographische Trennung der Gallenfarbstoffe 399. — Siehe auch Stich, W.

Kemble, A. R., und Macpherson, H. T. Papierchromatographische Bestimmung von Monoamino-Monocarbonsäuren 454.

Keutmann, E. H., siehe Burton, R. B.

Khalifa, H., siehe Issa, I. M.

Khosla, B., und Gaur, H. C. Amperometrische Bestimmung von Zink mit Kaliumhexacyanoferrat(II)-lösung 225.

Khym, J. X., und Zill, L. P. Trennung von Zuckern durch Ionenaustausch 316.

Kies, H. J., siehe Karsten, P.

Kies, H. L., und Nijon, H. Aufnahme von Polarogrammen mit Differentialgalvanometern 436.

Kiessling, K.-H., und Lindahl, G. Papierchromatographische Trennung von Aneurin und dessen Mono-, Di- und Triphosphat 381.

Kimbel, K.-H. Komplexometrische Ca-Bestimmung im Serum 209.

Kimura, K., Ikeda, N., und Nomura, M. Colorimetrische Bestimmung von Acetat-Ion 447.

Kinney jr., I. W., Smith, J. R., und Ball, J. S. Identifizierung der Thiophene im Schieferöl 147.

Kinnunen, J. Gravimetrische Bestimmung von Wolfram in Erzen und Konzentraten 143.

Kinnunen, J., und Merikanto, B. Bestimmung von Arsen in Legierungen 142. — Komplexometrische Bestimmung von Zink in metallurgischen Produkten 212. — Bestimmung von Eisen in metallurgischen Produkten neben Kupfer 458.

Kinnunen, J., und Wennerstrand, B. Komplexometrische Zn-Bestimmung in Zn-Konzentraten oder Nikkelsulfat 213.

Kirby, W. E., siehe Seeker, A. F.

Kirchner, K., siehe Umland, F.

Kirk, P., siehe Gibor, A.

Kirkpatrick, A. F., siehe Braddock, L. I.

Kirsten, W., und Carstens, C. Bestimmung von Schwefel 366.

Kis, G., siehe Kőszegi, D.

Kissling, R. Gravimetrische Oxalsäurebestimmung 39.

Kjaergård, T., siehe Rancke-Madsen, E.

Klee, L. J., siehe Benham, G. H.

Klimes-Szmik, A. Bestimmung von Metallkationen in Bodenauszügen 235.

Knapp, A., und Sieler, H. Methodik der Papierelektrophorese von Serumalbuminen 41.

Knobloch, E., Mácha, F., und Mňouček, K. Polarographische Bestimmung von Tocopherol in pflanzlichen Ölen 382.

Kobashi, Y., siehe Wada, E.

Kobayashi, H., siehe Nakanishi, M.

Kobayashi, T., und Tabuchi, T. Halbmikrobestimmung reduzierender Zucker 451.

Koch, H., und Ponsold, W. Bestimmung von Tocopherol in Weizenkeimöl 155.

Koch, J., siehe Werle, E.

Koch, L., siehe Sik, K.

Kochakian, Ch. D., und Stidworthy, G. Papierchromatographische Trennung von C_{19}-Steroiden 320.

Koehler, R. H., siehe Mader, P. P.

Kőszegi, D., und Kis, G. Bestimmung von metallischem Eisen in Ferrum hydrogenio reductum 60.

Kőszegi, D., und Salgó, E. Über ein Verfahren zur maßanalytischen Bestimmung von Ammoniak mit 0,1 n Kaliumbromatlösung 423 [Or].

Kofler, A., siehe Kofler, L.

Kofler, L., und Kofler, A. Heizbank 115. — Thermo-Mikro-Methoden zur Kennzeichnung organischer Stoffe und Stoffgemische 365 [L].

Kohler, A., siehe Brilmayer, C.

Kojima, M. Bleibestimmung in Zink- und Cadmiumsulfatlösungen 54.

Kolthoff, I. M., und Jordan, J. Amperometrische Thalliumbestimmung 226.

Kolthoff, I. M., und Laur, A. Bestimmung von Ammoniak mit Hypobromit 423.

Kolthoff, I. M., und Livingston, R. S. Katalytische Silberbestimmung 130.

Komarmy, J. M., siehe Harvey jr., Au. E.

Komarowsky, A. Reaktion von Alkoholen mit aromatischen Aldehyden 373.

Komenda, J. Photometrische Bestimmung kleiner Uranmengen mit Quercetin 60.

Komlev, A. I., und Cimbalista, L. I. Anwendung der Fällungschromatographie in der Halbmikroanalyse 440.

Kon, S. K. Vitamin A-Verluste bei UV-Bestrahlung der Milch 355. — Siehe auch Gillam, A. E.

Konopik, N., und Zwiauer, J. Oxydimetrische Titration von Arsen und Antimon 56. — Bestimmung von Sb_2O_4 neben Sb_2O_3 und Sb_2O_5 56.

Koritz, H. G., und Skoog, F. Colorimetrische Bestimmung von Adenin 400.

Kortland, C., und Dammers, H. F. Bestimmung der Art der oberflächenaktiven Stoffe in synthetischen Waschmitteln 80.

Kosta, L. Photometrische Uranbestimmung in kieselsäurehaltigem Material 307.

Koutecky, J., und Brdička, R. Theorie des Polarogramms organischer Verbindungen 434.

Kraft, D. Papierchromatographischer Nachweis von Nicotin, Nornicotin und Anabasin 464.

Kramer, K. W., und Fischer, R. B. Elektronisches Coulometer 437.

Krebs, M., siehe Raugier, M.

Krekeler, H., siehe Grote, W.

Krivoručko, F. D. Bestimmung von Chlor in der Luft 72.

Krönert, J. Physikalisch-chemische Analyse im Betrieb 229 [L].

Krüger, R., und Gössl, Th. Quantitative Bestimmung von Diacetylen und Monovinylacetylen 66.

Kruhme, H. Rechnen im Labor. Fachrechnen im Chemielaboratorium und Chemiebetrieb 432 [L].

Krutzsch, J. Dichtebestimmung von Methylchlorsilanen 151.

Kučera, Z., siehe Čůta, F.

Kuchtner, M., siehe Specker, H.

Kuhnhenn, W., siehe Rosenmund, K. W.

Kulberg, L. M., Molot, L. A., und Grigoreva, L. F. Bestimmung von Mn und Cr in Stählen und Gußeisen aus einer Einwaage 79.

Kuramoto, R., siehe Higuchi, T.

Kuraš, M., und Ružička, E. Spezifischer und empfindlicher Nachweis von Osmium (VIII) 229.

Lacourt, A., Sommereyns, Gh., Francotte, C., und Delande, N. Identifizierung von Aminosäuren mittels physikalischer Konstanten 69.

Lake, G. R. Bestimmung von Stickstoff nach verschiedenen Methoden in Erdöl und Erdölprodukten 146.

Lamm, C. G. Zinkbestimmung in Bodenauszügen 76.

Landgren, O. Komplexometrische Bestimmung von Wismut in pharmazeutischen Produkten 214.

Lang, R. Jodcyanidmethode zur Bestimmung von Jodid 134, 463.

Langenbeck, W. Einführung in die organisch-technische Chemie, 3. Aufl. 384 [L].

Lanker, J. Thermoplastische und härtbare synthetische Kunststoffe 383 [L].

Laske, P. Photo-REX-Bestimmung von Phosphat in Pflanzenaschen 145.

Lassaigne, I. L. Mikronachweis verschiedener Elemente in organischen Verbindungen 64.

Laugrost, B., siehe Auméras, M.
Launer, Ph. J., siehe Arnold, R. C.
Laur, A., siehe Kolthoff, I. M.
Lauw-Zecha, A. B. H., Lord jr., S. S., und Hume, D. N. Colorimetrische Bestimmung von Niob mit Rhodanid 305.
Lavine, T. F. Bestimmung von Methionin 400.
Lawday, D. Sichtbarmachung der Digitalisglucoside auf Papierchromatogrammen 389.
Lecomte, J. Nachweis- und Bestimmungsmethoden von Wasser durch Ultrarotspektroskopie 301.
Leddicotte, G. W., siehe Brooksbank, W. A.
Lederer, E., und Lederer, M. Chromatography. A Review of Principles and Applications 360 [L].
Lederer, M., siehe Lederer, E.
Lederle, P. Photo-REX-Bestimmung von Phosphat 145.
Leferink, G. H., siehe Hol, P. J.
Leininger, E., und Katz, S. Äpfelsäurebestimmung 39.
Leroi, E., und Gautier, J.-A. Komplexometrische Bestimmung von Ca in pharmazeutisch wichtigen Calciumsalzen 207.
Levin, H. Methoden der Analyse von Petroleum 145.
Levine, H., und Grimaldi, F. S. Photometrische Uranbestimmung 307.
Levy, R. Trübungscolorimetrie 120.
Lewis, B. A., siehe Geerdes, J. D.
Lewis, J. A., und Serin, P. A. Goldbestimmung in Lösungen 223.
Ley, H., und Engelhardt, Fluorescenz von Chinolinsalzen 113.
Lieb, H., und Schöniger, W. Manuel pratique de préparations organiques avec de petites quantités de substances 63 [L].
Lieb, H., und Wintersteiner, O. Aufschluß organischer Verbindungen mit konzentrierter Schwefelsäure und Salpetersäure 103. — Siehe auch Schöniger, W.
Lieber, E., siehe Whitmore, W. F.
Lien, A. P., siehe Arnold, R. C.
van Ligten, J. W. L., siehe van Nieuwenburg, C. J.
Limberg, G., siehe Wallenfels, K.
Lindahl, G., siehe Kiessling, K.-H.
Lindenbaum, A., Armstrong, W. D. und Schubert, J. Bestimmung von ^{14}C-markiertem Material 314.
Linko, E., siehe Ringbom, A.
Lipina, T. G., und Beljakov, A. A. Nebeneinanderbestimmung von Terpentin, Benzin und Colophonium in Luft 74.
Lips, H. J. Jodzahlbestimmung nach Rosenmund-Kuhnhenn 149.
Lisicki, N. M., siehe Fritz, J. S.
Litvinova, N. S., und Chlopin, N. Ja. Bestimmung des aktiven Chlors neben Chlorwasserstoff in der Luft 73.
Livingston, R. S., siehe Kolthoff, I. M.
Löwe, F. Optische Messungen des Chemikers und Mediziners 360 [L].
Lofberg, T., siehe Mader, P. P.
Lombardo, J. B. Analyse von SO_3-Nebeln und SO_2-Gas 77.
Long, A. G., siehe Buchanan, J. E.
Longo, R. E. Bestimmung von Nickel mit Heptoxim 61.
Looney, J. M., siehe Folin, O.
Lord jr., S. S., O'Neil, R. C., und Rogers, L. B. Coulometrische Bestimmung von Cd und Zn 437. — Siehe auch Lauw-Zecha, A. B. H.
de Lorenzi, F., und Aldrovardi, R. Komplexometrische Bestimmung von Phosphor in pharmazeutischen Produkten 214.
Lowe, E. J., siehe Raistrick, B.
Lucena, F., siehe Burriel, F.
Lucena-Conde, F., siehe Burriel, F.
Lucena-Conde, F., siehe Burriel-Martí, F.
Ludwig, H., siehe Bode, H.
Lugovoy, J. K., siehe Naterson, S.
Lumb, E. C., und Winsor, P. A. Auflösungstitration 363.
Lux, H., siehe G. Brauer, Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 301 [L].
Lykken, L., und Tuemmler, F. D. Potentiometrische Titration von Silber mit der Glaselektrode 367.
Lyng, H., siehe Wiberley, St. E.
Lyons, L. E., siehe Gardner, H. J.

Mácha, F., siehe Knobloch, E.

Macheboeuf, M., siehe Cheftel, R.-I.

Machemer, H., Aderhold, W., und Heinz, K. Bestimmung der Schaumzahlen von Waschmitteln 151.

Machemer, H., Griess, W., und Mugele, H. Bestimmung der Schaumzahlen von Waschmitteln 151.

Mack, A., siehe Brilmayer, C.

Mackú, J., siehe Kalvoda, R.

Macpherson, H. T., siehe Kemble, A. R.

Mader, Ch. Chromatographische Trennung organischer Säuren mit sich verändernden Lösungsmitteln 446.

Mader, Ch., und Mader jr., G. Apparatur zur Verminderung des Verdampfungsfehlers in der volumetrischen Chromatographie 439.

Mader jr., G., siehe Mader, Ch.

Mader, P. P., Heddon, M. W., Lofberg, T., und Koehler, R. H. Ultrarotspektroskopische Bestimmung von Kohlenwasserstoffen in der Luft 231.

Mafalda, R., siehe Carballido, O.

Mahlmann, H. A., siehe Brooksbank, W. A.

Maillard, J., siehe Gauthier, B.

Majumdar, A. K., und De, A. K. Bestimmung von Zink, Kobalt, Nickel und Mangan mit 5,6-Benzochinaldinsäure 49.

Majumdar, A. K., und Sen, B. Colorimetrische Bestimmung von Eisen mit α-Picolinsäure 60.

de Maldè, M. Gleichzeitige Bestimmung von Acrylnitril und Cyanbutadien 371.

Malissa, H., und Miller, F. F. Disubstituierte Dithiocarbaminate als mikrochemische Reagenzien 364. — Reaktion von Mangan mit Dithiocarbaminaten 426.

Manderscheid, G., siehe Diemair, W.

Manelli, G., und Rossi, M. L. Säurerot 6 B als Adsorptionsindicator in der Argentometrie 124.

Mannheimer, W. A., siehe Feigl, F.

Marín-Górriz, A., und Martín-García, D. Potentiometrische Bestimmung von Verseifungszahlen 384.

Markman, A. L. Polarographische Untersuchung der Selektivität des Hydrierprozesses 240.

Marple, T. L., und Rogers, L. B. Mit Quecksilber bedeckte Platinelektrode statt Quecksilbertropfelektrode 435.

Marschall, E. K., siehe Bratton, A. C.

Martin, A. E. Instabilität der Diäthyldithiocarbaminsäure bei niedrigem p_H-Wert 296.

Martín-García, D., siehe Marín-Górriz, A.

Martini, A., und Schamis, S. Reagens zur Unterscheidung von Zr und Hf 302.

Matsumoto, T. Gravimetrische Bestimmung von Strontium als Oxalat 48.

Matt, F., siehe Heimann, W.

Matthias, W. Handhabung und Trennschärfe der Streifenpapierchromatographie bei Serienuntersuchungen von Aminosäuregemischen 287.

Maurenbrecher, R. Über die optischen Eigenschaften von l-Cystin 176 [Or].

Mayer, A., Bradshaw, G., und Deutschmann, J. Zinkbestimmung in Magnesiumlegierung mit Cyanoferrat(II) 458.

de Mayo, P., siehe Flynn, F. V.

Mázor, L., siehe Erdey, L.

Mazoyer, R. Magnesiumbestimmung in Bodenauszügen 75.

Mee, A. J. Schema der Gruppentrennung ohne Schwefelwasserstoff 43.

Mehta, S. M., und Bharucha, N. R. Bestimmung von Kupfer, Kupfer(I)-oxyd und Kupfer(II)-oxyd nebeneinander 45.

Melamed, S. I., siehe Syrokomskij, V. S.

Mellon, M. G., siehe Fortune, W. B., sowie Wadelin, C.

Mennucci, L. A., und Fesano, H. L. Halbmikronachweis von Antimon 56.

Merikanto, B., siehe Kinnunen, J.

Merz, K. W., und Frank, R. Chromatographie an Al_2O_3-Säulen 463.

van der Meulen, J. H. Bestimmung von Brom-Ion 19.

Meyer, E., siehe Brockmann, H.

Meyer, R. E., siehe Furter, M.

Meyer-Brunot, H. G., siehe Dimroth, K.

Mikula, J. J., siehe Codell, M.

Miller, F. F., siehe Malissa, H.

Miller, R. R., siehe Williams, D. D.

Milone, M., und Cetini, G. Chromatographische Trennung anorganischer Kationen 441.

Minangoy, R., siehe Auméras, M.

Miró-Plans, P., siehe Ibarz-Aznárez, J.

Mitchell jr., J., siehe dal Nogare, St.

Mňouček, K., siehe Knobloch, E.

di Modica, G., siehe Angeletti, E.

van Moffaert, Y., siehe Gillis, J.

Mohan Rao, V. K. Verlängerung des Wanderweges bei der Rundfilterchromatographie 38.

Molot, L. A., siehe Kulberg, L. M.

Monand, P. Jodometrische Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Substanzen nach der Dead-stop-Methode 66.

Monnier, D. M., siehe Besso, Z.

Montgomery, R., siehe Geerdes, J. D.

Moor, H. Bestimmung von Vitamin A 354.

Moore, S., siehe Dustin, J. P.

Morgan, D. M., siehe Wade, H. E.

Morries, P., und Stuckey, R. E. Chromatographische Bestimmung von Glutaminsäure in Weizengluten und Glutenhydrolysaten 455.

Morris, H. P., siehe Dyer, H. M.

Morsing, Eisenabtrennung bei der Bestimmung von Titan in Roheisen und Stahl 112.

Morton, R. A., siehe Cama, H. R.

Moser, J. H., siehe Williams, M. B.

Moss, M. L., Eliott, J. H., und Hall, R. T. Titration schwacher Säuren und Phenole in wasserfreien Lösungsmitteln 199.

Mossel, D. A. A., und de Bruin, A. S. Nachweis bromhaltiger Konservierungsmittel in alkoholfreien Getränken 71.

Mottier, M., und Potterat, M. Chromatographie an Aluminiumoxyd 150.

Mühlberger, F. H. Der papierchromatographische Nachweis von Eugenol und Anisaldehyd in Dessertwein und weinhaltigen Getränken 21 [Or].

Mugele, H., siehe Machemer, H.

Muir, J. W. Vermeidung der störenden Wirkung der Kieselsäure bei der colorimetrischen Bestimmung der Phosphorsäure als Molybdänblau in Bodenauszügen 76.

Munger, J. R., Nippler, R. W., und Ingols, R. S. Komplexometrische Sulfatbestimmung 216, 385.

Munier, R., siehe Cheftel, R.-I.

Mc Nabb, W. M., siehe Reiss, W.

Nakamura, K., und Binkley, F. Colorimetrische Bestimmung von Cystein 402.

Nakanishi, M., und Kobayashi, H. Coulometrische Mikrobestimmung von Thioharnstoff 438.

Naterson, S., Lugovoy, J. K., und Pincus, J. B. Colorimetrische Citronensäurebestimmung 39.

Negwer, M., siehe Blasius, E.

O'Neil, R. C., siehe Lord jr., S. S.

Nelson, J. F., siehe Gallo, S. G.

Neu, R. Über Tetraphenyl-diboroxyd. III. Mitt. Ein neuer Nachweis von Cholin, Acetylcholin und anderen quartären Ammoniumverbindungen 30. [Or]. — Die gemeinsame Bestimmung von Kalium und Triäthanolamin mit Natriumtetraphenyloborat 254 [Or]. — Siehe auch Fiedler, U.

Neumann, W., siehe Hamann, G.

Nielsch, W. Zur Extraktion des Nickeldimethylglyoxims mit Chloroform 272 [Or].

Nielsch, W., und Böltz, G. Eine photometrische Bestimmungsmethode des Kupfers mit Äthylendiamintetraessigsäure 1 [Or]. — Eine photometrische Bestimmungsmethode für Zinn mit Thioharnstoff 161 [Or]. — Die photometrische Bestimmung des Antimons mit Thioharnstoff 81 [Or]. — Zur Extraktion und photometrischen Bestimmung des Antimons mit Rhodamin B 264 [Or]. — Die photometrische Bestimmung des Wismuts mit Thioharnstoff. II. Mitt. Ausführung in salzsaurer Lösung 13 [Or]. — Die photometrische Bestimmung des Wismuts mit Thioharnstoff. III. Mitt. Ausführung in bromwasserstoffsaurer Lösung 170 [Or].

van Nieuwenburg, C. J., und van Ligten, J. W. L. Mikroskopische

Unterscheidung zwischen Zirkonium und Hafnium 302.

Nigam, V. N., siehe Giri, K. V.

Nijon, H., siehe Kies, H. L.

Nijkamp, H. J. Verteilungschromatographische Bestimmung gesättigter geradkettiger Fettsäuren 445.

Nippler, R. W., siehe Munger, J. R.

Noakes, F. D. L. Bestimmung von Se und Te in metallischem Kupfer 457.

Dal Nogare, St., und Mitchell jr., J. Bestimmung von 1,2-Propylenglykol in Äthylenglykol 373.

Nógrády, G. Selbsttätige Nachfüll- und Waschvorrichtung für die Chromatographie 286.

Nomura, M., siehe Kimura, K.

Norman, A. Chromatographische Trennung gebundener Gallensäuren 397.

Norwitz, G. Elektrolytische Bestimmung von Bi, Cu und Pb in Al-Legierungen 462.

Noverraz, M. Colorimetrische Bestimmung des Albumin-Globulin-Verhältnisses 319.

Nutten, A. J., siehe Belcher, R.

Oesper, R. E., siehe Feigl, F. Spot Test 279 [L]

Off. and Tent. Methods of the Amer. Oil Chemists' Soc. Bestimmung des Acetonunlöslichen in Lecithin 152.

Okáč, A., und Grácová, L. α-Nitroso-β-naphthylamin als analytisches Reagens 128.

Okáč, A., und Sommer, L. Reaktion zwischen Titan(IV)-salzen und Chromotropsäure 52.

Olšanova, K. M., und Čmutov, K. V. Gut entwickelte Chromatogramme in der qualitativen Analyse 441.

McOmie, J. F. W., siehe Pollard, F. H.

Opfer, H., siehe Böhme, H.

Opler, A., siehe Baker, A. W.

Ościk, J. Chromatographische Trennung von Pyridin und seinen Methylderivaten 377.

Otis, M. V., siehe Kaye, W. J.

Ott, D., siehe Diemair, W.

Ozawa, T., siehe Iwasaki, I.

Pack, F. C., siehe Planck, R. W.

Page, E. J., siehe Heatley, N. G.

Pallai, I., siehe Almásy, G.

Pansare, V. S., siehe Subba Rao, D.

Parnas, J. K., und Wagner, R Kjeldahl-Apparat 367.

Pasini, C., und Vercellone, A. Ein neues Reagens für die quantitative Bestimmung des Pikrat-Ions: das 4-Octoxy-phenyl-guanidiniumchlorid 172 [Or].

Patrovský, V. Komplexometrische Titration von Gallium und Indium 50.

Patton, A. R., und Chism, P. Genauigkeit der Papierchromatographie mit Aminosäuren 452.

Patton, A. R., und Foreman, E. M. Phthalaldehyd als Reagens auf Aminosäuren 452. — Siehe auch Salander, R. C.

Pauling, L. General Chemistry 432 [L].

Pease, S. W., siehe Braddock, L. I.

Pellerin, F., siehe Gautier, J.-A.

Pellowe, E. F., und Hardy, F. R. F. Bestimmung von Aluminium in Zink und Zinklegierungen 460.

Pepkowitz, L. P., Sabol, W. W., und Dutina, D. Bestimmung freier Säure in Gegenwart von hydrolysierbaren Ionen 362.

Peregud, E. A., und Bojkina, B. S. Bestimmung fluororganischer Verbindungen in Luft 74.

Petek, F., siehe Desjobert, A.

Peters, E. D., siehe Campanile, V. A.

Peters, J. H., und Gutmann, H. R. Bestimmung von ^{14}C-markiertem Material 314.

Peterson, H. E., und Sill, C. W.

Pfundt, O., und Jander, G. Ausführung von Leitfähigkeitstitrationen und Leitfähigkeitsmessungen 121.

Phillips, C. S. G., siehe Ferrett, D. J.

Piano, M., siehe Salander, R. C.

Pickering, W. F. Vermeidung von Störungen bei der colorimetrischen Bestimmung des Titans mit Wasserstoffperoxyd 302.

Pickles, D., und Washbrook, C. C. Amperometrische Titration kleiner Zinkmengen mit Dinatriumäthylen. diamintetraacetat 210.

Pignard, P., siehe Gautier, J. A.

Pijck, J., siehe Gillis, J.

Pincus, J. B., siehe Naterson, S.

Pirt, S. J., und Chain, E. B. Halogenbestimmung in organischen Verbindungen 366.

Pitts jr., J. N., de Ford, D. D., und Recktenwald, G. W. Analyse von Gasen, die O_2 und CO_2 enthalten 290.

Planck, R. W., Pack, F. C., und Goldblatt, L. A. Bestimmung konjugierter Doppelbindungen in Holzöl und von Eläostearinsäure durch Jodzahlbestimmung nach Rosenmund-Kuhnhenn 149.

Plattner, E., siehe Brunisholz, G.

Pleticha, R. Indirekte polarographische Bestimmung des Thiamins 380. — Oscillographisch-polarographische Bestimmung von Thiaminchloridhydrochlorid 380.

Pljuščev, V. E., und Šachno, J. V. Quantitative Bestimmung von Lithium 221.

Poethke, W., und Trabert, H. Colchicinbestimmung 463.

Poljanskij, V. N., siehe Alimarin, I. P.

Pollard, A. J., siehe Braddock, L. I.

Pollard, F. H., und McOmie, J. F. W. Chromatographic Methods of Inorganic Analysis with Special Reference to Paper Chromatography 361 [L].

Ponsold, W., siehe Koch, H.

Porteous, J. W., siehe Duncan, R. E. B.

Potterat, M., siehe Mottier, M.

Přibil, R. Entfernung der Störung durch Al, Mg und Ca bei der komplexometrischen Titration von Zink (Cadmium, Nickel) 301.

Přibil, R., Číhalík, J., Doležal, J., Simon, V., und Zýka, J. Komplexometrische Metallbestimmungen in der pharmazeutischen Analyse 213.

Přibil, R., und Hornychová, E. Photometrische Manganbestimmung 425.

Přibil, R., und Jelínek, M. Ausschüttelung und colorimetrische Bestimmung von Uran 59.

Přibil, R., und Schneider, P. Maskierung verschiedener Metalle bei der colorimetrischen Titanbestimmung mit Wasserstoffperoxyd 302.

Price, E. F., siehe Braddock, L. I.

Püschel, R., siehe Flaschka, H.

Pungor, E., siehe Schulek, E.

Raaflaub, J., siehe Abelin, I.

Raff, P., siehe Wittig, G.

Raistrick, B., Harris, F. J., und Lowe, E. J. Herstellung von Benzidinhydrochlorid 95.

Ramakrishnan, T., und Venkataramanan, K. Störung des Fluornachweises in Leitungswasser 134.

Ramanoorthy, B., siehe Chatterjee, B. G.

Ramos, E. H., und Guerrero, A. H. Katalytische Wirkung des Silbers bei der Manganoxydation zu Permanganat 60.

Rancke-Madsen, E. Argentometrische Titration von Bromid 134.

Rancke-Madsen, E., und Kjaergård, T. Alkalimetrische Bestimmung von Phosphaten 55.

Ransford, J. E., Einstellung einer 0,1 n $KMnO_4$-Lösung 123.

Rao, M. V. K., siehe Mohan Rao, V. K.

Rao, N. A. N., siehe Giri, K. V.

Rao, S. D., siehe Subba Rao, D.

Rapoport, F. M. Bestimmung von Schwefelkohlenstoff, Thiophen und COS in Gasen 292.

Rasmussen, H. B. Polarographische Bestimmung des Morphins 464.

Raudonat, H. W., siehe Bräuniger, H.

Rauen, M., und Stamm, W. Gegenstromverteilung 360 [L].

Raugier, M., und Krebs, M. Ammoniakbestimmung neben Harnstoff 227.

Ray, G., Ganguli, N. C., und Roy, S. C. Identifizierung von Aminosäuren in hydrolysiertem Prothrombin 453.

Raymond, R., siehe Hinkel, R. D.

Recktenwald, G. W., siehe Pitts jr., J. N.

Reinhardt, H. Herstellung von 4,4′-Diaminotolansulfat 57.

Reiss, W., Hazel, J. F., und McNabb, W. M. Photometrische Bestimmung von Eisen 311.

Reissmann, T. L., siehe Braddock, L. I.

Reith, J. F. Nachweis von Hexachlorcyclohexan in Gemüse 70.

Rettenbacher-Däubner, H., siehe Beyreder, J.

Reynolds jr., Ch. A., siehe Wise, E. N.

Ricci, J. E. Titrationskurve von Cyanid mit Silbernitratlösung 131.

Riccio, V., siehe Rigamonti, R.

Rich, J. A., siehe Roos, A.

Riddick, J. A., siehe Jones, L. R.

Rieman III, W., siehe Schenker, H. H.

Rigamonti, R., und Riccio, V. Trennung von Fettsäuren und Triglyceriden mittels Harnstoffeinschlußverbindungen 384.

Ringbom, A., und Linko, E. Colorimetrische Bestimmung von Silber mit p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin 223.

Röse, B., und Gottlieb, E. Vitamin A-Bestimmung 354.

Rogers, L. B., siehe Gardiner, K. W., sowie Lord jr., S. S., Marple, T. L., und Underwood, A. L.

Roland jr., J. F., und Gross, A. M. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren 453.

Roman, W. Bestimmung von Cholin mittels Jodjodkaliumlösung 352.

Romojaro, F., siehe Sierra, F.

Rooks, M. E., siehe Cook, E. R.

Roos, A., und Rich, J. A. Spektrophotometrische Bestimmung der Oxyhämoglobinsättigung und des Sauerstoffgehaltes im Blut 392.

Roscoe, M. H. Bestimmung von Kreatinin im Serum 319.

Rose, H. A., siehe Braddock, L. I.

Rose, P. H. Quantitative Bestimmung von Nitroprussiat durch Einwirkung von Tetracyanonickelat 195 [Or].

Rosenmund, K. W., und Kuhnhenn, W., Jodzahlbestimmung 149.

Rosenthaler, L. Kupferoxyd als Urtitersubstanz in der Jodometrie 123.

Ross, H. E., siehe Dyer, H. M.

Rossi, M. L., siehe Manelli, G.

Rossotti, F. J. C., siehe Irving, H. M.

Rósza, P. Bestimmung von Colocynthin 388.

Roth, H. Apparat zur Mikrobestimmung von aktivem Wasserstoff 64.

Roth, H., und Beck, W. Abtrennung des Bors durch Destillation als Methylester 340.

Rothe, W. Trennung von Bromid und Jodid 19.

Rowson, J. M. Colorimetrische Bestimmung von Digitoxin 388.

Rowson, J. M., und Dyer, F. J. Colorimetrische Digitoxinbestimmung in Digitalis purpurea 389.

Roy, S. C., siehe Ray, G.

Ruby, W. R., siehe Julian, D. B.

Rugg, F. M., siehe Smith, J. J.

Rumpf, P. Analyse funktioneller organischer Gruppen 66.

Ruof, C. H., siehe Entel, J.

Rusek, M., siehe Janák, J.

Rutkowski, R. Bestimmung von Succinyl-bis-cholin 156.

Ružička, E., siehe Kuraš, M.

Rynninger, R., siehe Helger, B.

Saarni, K., und Suikkanen, S. Die colorimetrische Bestimmung von Titan mit Sulfosalicylsäure im Roheisen und Stahl 112 [Or].

Sabol, W. W., siehe Pepkowitz, L. P.

Šachno, J. V., siehe Pljuščev, V. E.

Saffer, B. A., siehe Stopper, H. R.

de Saint-Chamant, H., und Vigier, R. Abscheidung von Phosphat als Magnesiumammoniumphosphat aus homogener Lösung 228.

Salander, R. C., Piano, M., und Patton, A. R. Genauigkeit der Papierchromatographie von Aminosäuren 452.

Salgó, E., siehe Kőszegi, D.

Sallmann, R., siehe Anderegg, G.

Saltzman, B. E. Colorimetrische Bestimmung von Cadmium mit Dithizon 225.

Salz, J. W. Analyse von Citronenöl 239.

Samuelson, O., siehe Ahlén, L.

Sánchez, J. A., siehe Sierra, F.

Sánchez-Fernández, J. A., siehe Sierra, F.

Sandell, E. B., siehe Christopherson, H., sowie Sauerbrunn, R. D.

Šantavý, F., siehe Zuman, P.

Sauerbrunn, R. D., und Sandell, E. B. Katalytische Submikrobestimmung von Osmium 62.

Savage, H., siehe Ashmore, S. A.

Savinovskij, D. A., siehe Stjunkel, T. B.

Schaefer, W. Einführung in das Kunststoffgebiet 383 [L].

Schamis, S., siehe Martini, A.

Schechter, M. S., und Hornstein, I. Nachweis von Hexachlorcyclohexan 70.

Schechter, M. S., Soloway, S. B., Hayes, R. A., und Haller, H. L. Bestimmung von DDT 233.

Schenker, H. H., und Riemann III, W. Bestimmung einiger Carbonsäuren in Früchten 379.

Schindler, H. Prüfungsmethoden homöopathischer Tinkturen 388.

Schinkel, H., siehe Schuhknecht, W.

Schirren, C. G. p_H-Messungen an der Hautoberfläche 158.

Schlenk, F., siehe Smith, R. L.

Schlögl, K., und Siegel, A. Papierchromatographische Trennung und Identifizierung verschiedener Phenole 374.

Schmeiser, K., und Jerchel, D. Phosphorbestimmung in organischer Substanz durch Elektronenaktivierung 365.

Schmidt, H., siehe Dewald, W.

Schneider, P., siehe Přibil, R.

Schneider, W. C. Fällung von Eiweißstoffen mit Trichloressigsäure 160.

Schöniger, W., Lieb, H., und El Din Ibrahim, M. G. Mikrobestimmung von Acetyl- und C-Methylgruppen 367. — Siehe auch Lieb, H.

Scholder, R., siehe Brauer, G. Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 301 [L].

Schrauzer, G. N. Gravimetrische und maßanalytische Bestimmung von Germanium 53.

Schröder, H., siehe Glemser, O.

Schubert, J., siehe Lindenbaum, A.

Schudel, G., siehe Willstätter, R.

Schuhknecht, W., und Schinkel, H. Die flammenphotometrische Bestimmung geringer Mengen von Kalium, Natrium und Lithium neben großen Mengen von Erdalkalien 321 [Or].

Schulek, E., und Pungor, E. Alkalimetrische Bestimmung von Schwefelsäure und Essigsäure 58.

Schuler, L., siehe Holleman, A. F.

Schulz, M., und Werner, W. Bestimmung von Vitamin B_2 356.

Schumacher, E., und Clusius, K. Trennung von Krypton und Xenon im Trennrohr 44.

Schwab, R., siehe Gleu, K.

Schwappach, siehe Vieböck, F.

Schwarzenbach, G., siehe Anderegg, G., sowie Biedermann, W.

Schwerdtfeger, E. Methodik der Streifenpapierchromatographie 288. — Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren in Eiweißhydrolysaten 454.

Scott, P. G. W. Qualitative und quantitative Bestimmung von Isonicotinsäureanhydrazid 390.

Scott, W. W., siehe Bowman, F. C.

Šedivec, V., und Vašák, V. Colorimetrische Kupferbestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 144.

Seeker, A. F., und Kirby, W. E. Bestimmungsmethoden für Ester 240.

Seel, F., siehe Brauer, G. Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 301 [L].

Segalove, M., siehe Henry, R. J.

Sen, B., siehe Majumdar, A. K.

Senderichina, D. P. Bestimmung von Kohlenwasserstoffen in der Luft 73.

Šerák, L. Neues Polarographiergefäß 434.

Sergeant, J. C. Komplexometrische Bestimmung von Magnesium in Al-Legierungen 461.

Serin, P. A., siehe Lewis, J. A.

Serrano-Berges, L. Trennung von Kupfer und Magnesium als Methyloxinate 46.

Shah, G. D., siehe Subba Rao, D.

Sherman, R. E., siehe Toribara, T. Y.

Sherrington, L. E., siehe Gentry, C. H. R.

Short, H. G. Sauerstoffbestimmung in Chrom 79.

Shriner, R. L., und Fuson, R. C. Bestimmung des Verseifungsäquivalentes von niedrigsiedenden Estern 147.

Siegel, A., siehe Schlögl, K.

Sieler, H., siehe Knapp, A.

Sierra, F., und Hernández-Cañavate, J. Gravimetrische und volumetrische Zinkbestimmung als Zinkquecksilberrhodanid 49. — Argentometrische Bestimmung von Chlorid 309.

Sierra, F., Hernández-Cañavate, J., und Romojaro, F. Argentometrische Bestimmung des Bromid-, Jodid- und Silbergehaltes mit neuem Indicator 125.

Sierra, F., und Romojaro, F. Indicatoren bei der argentometrischen Bestimmung von Jodid 124. — Titration von Silber mit Jodidlösung mit neuem Indicator 125. — Argentometrische Bestimmung von Chlorid, Bromid, Jodid und Rhodanid mit neuem Indicator 125.

Sierra, F., und Sánchez, J. A. Mercurimetrische Titrationen mit Indicatorsystemen aus Eisen(III) und einer Base 125.

Sierra, F., und Sánchez-Fernández, J. A., Bestimmung von Chlorid und Quecksilber(I) mit Adsorptionsindicatoren 126.

Siewert, G. Chromatographie an Aluminiumoxyd 463.

Siggia, S., und Edsberg, R. L. Bromometrische Bestimmung von Derivaten der Mercaptoessigsäure 375.

Sik, K., und Koch, L. Störende Wirkung der Kieselsäure bei der colorimetrischen Bestimmung von Phosphorsäure 76.

Siliprandi, D., und Siliprandi, N. Elektrophoretische und chromatographische Trennung von Thiamin und seinen Phosphorsäureestern 381.

Siliprandi, N., siehe Siliprandi, D.

Sill, C. W., und Peterson, H. E. Volumetrische Mikrobestimmung von Uran 306.

Simmons jr., G. A., siehe Caley, E. R.

Simon, V., siehe Přibil, R.

Singh, A., siehe Singh, B.

Singh, B., und Singh, A. Kaliummetaperjodat als maßanalytisches Reagens 123, 124.

Sjöquist, J. Papierchromatographischer Nachweis der Phenylthiohydantoine von Aminosäuren 40.

Skoog, F., siehe Koritz, H. G.

Slatensek, J. M., und Washburn, E. R. Cumarinbestimmung 152.

Šljivić, S. Die Fluorescenz des Chinolins in sauren Lösungen 113 [Or].

van Slyke, D. D., Dillon, R. T., MacFadyen, D. A., und Hamilton, P. Identifizierung von Prolin und Ornithin 455.

Smit, J., und Smit, J. A. Spektrochemische Bestimmung von Co, Mo und Cu in Pflanzen 118.

Smit, J. A., siehe Smit, J.

Smith, A. E., und Stone, G. M. Mikrobestimmung des Herbicids N-1-Naphthylphthalaminsäure 238.

Smith, F., siehe Geerdes, J. D.

Smith, J. J., Rugg, F. M., und Bowman, H. M. Ultrarotspektroskopische Bestimmung von Phenol in Phenolformaldehydharzen 119.

Smith, J. R., siehe Kinney jr., I. W.

Smith jr., L. H., siehe Ettinger, R. H.

Smith, M. J. H., siehe Davis, L. R.

Smith, R. L., und Schlenk, F. Bestimmung von Adeninthiomethylribosid und 5-Thiomethylribose 400.

Smolarek, W., und Dlugosch, G. Elektrophoretische Bestimmung von PAS und INH 391.

Sobel, A. E., und Hanok, A. Komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg im Serum 210.

Soliva, M., siehe Büchi, J.

Soloway, S. B., siehe Schechter, M. S.

Sommer, L. Bestimmung kleiner Mengen Fluor-Ion 133. — Siehe auch Okáč, A.

Sommereyns, Gh., siehe Lacourt, A.

Somogyi, M. Halbmikrobestimmung reduzierender Zucker 451.

Šostakovskij, M. F., und Bogdanova, A. V. Analyse von α-Halogendialkyl- und α-Äthylaryläthern 68.

Souci, S. W., Thies, H., und Fischler, F. Praktikum der analytischen Chemie. 2. Teil 219 [L].

de Sousa, A. Nachweis von Mangan in Mineralien und Silicatgesteinen 310. — Mikronachweis von Kobalt 134. — Komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg in chloridreichen Lösungen 206.

Spausta, F. Treibstoffe für Verbrennungsmotoren 382 [L].

Specker, H., Hartkamp, H., und Kuchtner, M. Photometrische Bestimmung des Mangans mit Dithiocarbaminaten 425 [Or].

Sperlich, H., siehe Bergner, K. G.

Sproston jr., T., und Bassett, E. G. Papierchromatographie substituierter Naphthochinone 376.

Sproull, M., siehe McIntire, F. C.

Stafford, N. Vergleich der visuellen und amperometrischen Titration von Zink mit Dinatriumäthylendiamintetraacetat 210.

Stainier, C., und Bosly, J. Bestimmung von Resorcin neben Phenol 70.

Stamm, W., siehe Rauen, M.

Steel, A. E. Papierchromatographische Trennung und Nachweis der Alkalimetalle 220.

Steinbach, J. F., und Freiser, H. Extraktion von Aluminium, Gallium und Indium mit Acetylaceton 49.

Stephen, R. L. Komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg in pharmazeutischen Präparaten 207.

Stephen, W. I., siehe Belcher, R.

Steyne, P. C., siehe Heertjes, P. M.

Stich, W., Kehl, R., und Walter, H. R. Papierchromatographische Trennung der Gallenfarbstoffe 399. — Siehe auch Kehl, R.

Stidworthy, G., siehe Kochakian, Ch. D.

Stiehl, G. L., siehe Delahay, P.

Stine, C. R., und Gordon, L. Bestimmung von Thorium aus homogener Lösung 303.

Stitch, S. R., siehe Grant, R. A.

Stitt, F., und Tomimatsu, Y. Adsorption und Desorption von Äthylenspuren in Luft mit Silicagel 140.

Stjunkel, T. B., Jakimec, E. M., und Savinovskij, D. A. Komplexometrische Bestimmung der Wasserhärte 202.

Stock, F. G., siehe Bagnall, H. H.

Stock, J. T., und Fill, M. A. Entwicklung von mikroanalytischen und mikrochemischen Geräten und Apparaturen 129.

Stone, G. M., siehe Smith, A. E.

Stopper, H. R., Saffer, B. A., und Bauer, S. T. Bestimmung des Acetonunlöslichen in käuflichem Lecithin 152.

Strache, H. Phenylhydrazinmethode zur Bestimmung von Aldehyden und Ketonen 67.

Strange, R. E., und Harkness, N. Papierelektrophoretischer Nachweis der Polyglutamylpeptide 41.

Straub, G. Photometrische Bestimmung von Molybdän 133.

Strohecker, R., siehe Heimann, W.

Strong, F. M., siehe Clayton, R. A.

Stuckey, R. E., siehe Morries, P.

Subba Rao, D., Shah, G. D., und Pansare, V. S. Mikrobestimmung von aktivem Wasserstoff in organischen Verbindungen 64.

Suikkanen, S., siehe Saarni, K.

O'Sullivan, M. Bestimmung von Natrium im Harn 158.

Svendsen, A. B., und Jensen, K. B. Sichtbarmachung der Digitalisglucoside auf Papierchromatogrammen 389.

Sweetser, Ph. B., und Bricker, C. E. Komplexometrische Titrationen mit spektrophotometrischer Endpunktsbestimmung 201. — Komplexometrische Bestimmung verschiedener Metalle mit spektrophotometrischer Endpunktsbestimmung 202. — Siehe auch Bricker, C. E.

Swinehart, D. F. Dead-stop-Verfahren zur Zinkbestimmung 458.

Syrokomskij, V. S., und Melamed, S. I. Perjodat als oxydimetrisches Reagens in der Maßanalyse 294.

Szabó, Z. G., und Beck, M. T. Analytische Bestimmungen durch Komplexbildung 289.

Szücs, L. Colorimetrische Mg-Bestimmung in Bodenauszügen 76.

Tabuchi, T., siehe Kobayashi, T.

Taimni, I. K., und Agarwal, R. P. Anwendungen der Thiosalze in der Analyse 292. — Verwendung von Ammoniumsulfid als Gruppenreagens 292. — Bestimmung von Au, Pt und Sb als Sulfide 294. — Gravimetrische Bestimmung von Arsen(V), Selen(IV) und Tellur(IV) mit Alkalisulfidlösung 293. — Bestimmung von Mo und Sn als Sulfide 293.

Talbot, J., Albert, Ph., Caron, M., und Chaudron, G. Darstellung und Analyse von Eisenproben hoher Reinheit 61.

Talsma, H., siehe Heertjes, P. M.

Talvenheimo, G., und White, J. L. Analyse von Tonmineralien mit Hilfe des Röntgenspektrometers 78.

Tamamushi, R., siehe Tanaka, N.

Tanaka, N., und Tamamushi, R. Theorie des Polarogramms organischer Verbindungen 433.

Tatsumi, Ch., und Ameyama, M. Photometrische Bestimmung der Koji-Säure 448.

Tatsumi, Ch., Ameyama, M., und Gooda, A. Eichkurven zur colorimetrischen Bestimmung von Koji-Säuren 449.

Tauber, H. Farbreaktion auf Steroide mit Perchlorsäure 396.

Taylor, M. P., siehe Jones, A.

Tegethoff, B. Papierchromatographische Identifizierung von Vitamin C in pflanzlichen Substanzen 382.

Terentev, A. P., und Zabrodina, K. S. Gasvolumetrische Bestimmung von Aldehyden und Ketonen 67.

Tewari, S. N. Papierchromatographischer Nachweis anorganischer Ionen 38.

Thiele, K.-H., siehe Bähr, G.

Thies, H., und Kalisch, G. Puffergemische für p_H-Bereiche zwischen 6 und 12 296. — Siehe auch Souci, S. W.

Thomason, P. F., siehe Davenport, W. H.

Thompson, R. H. S., siehe El Hawary, M. F. S.

Tichý, R., siehe Fučík, K.

Tiede, E., siehe Brauer, G., Handbuch der präparativen anorganischen Chemie 301 [L].

van Tiggelen, A., siehe Vanreusel, L.

Tillu, M. M. Abtrennung des Kupfers bei der Cd- und Zn-Bestimmung in Legierungen 461.

Tiselius, A., und Antweiler, R. J. Methodik der Papierelektrophorese 41.

Tomimatsu, Y., siehe Stitt, F.

Toribara, T. Y., und Sherman, R. E. Mikrobestimmung von Beryllium in biologischem Material 158.

Toubol, V. Analyse von harzfreien Ölfarben 147.

Trabert, H., siehe Poethke, W.

Trenner, N. R., Warren, Ch. W., und Jones, St. L. Refraktometer für die chromatographische Analyse 438, 439.

Tuemmler, F. D., siehe Lykken, L.

Tuzson, J., siehe Vastagh, G.

Ueno, K. Schnellanalyse der Fällungslösung für Viscose 385.

Ujejski, L., und Waygood, E. R. Colorimetrische Bestimmung von Sedoheptulosan in Gegenwart von Ribose und Fructose 451.

Ulich, H. Kurzes Lehrbuch der physikalischen Chemie 431 [L].

Ulmann, M. Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes von Stärke 140.

Umland, F., und Kirchner, K. Notiz zur anodischen Abscheidung des Bleis als Bleidioxyd (Störungen durch Zn und Fe) 259 [Or].

Underwood, A. L., Burrill, A. M., und Rogers, L. B. Katalytische Bestimmung von Silber in Submikrogrammengen 130.

Unterstenhöfer, L. Neuer Laboratoriumstisch 129.

Urone, P. F., und Druschel, M. L. Bestimmung von Chlorkohlenwasserstoffspuren in Luft 231.

Utsumi, S., siehe Iwasaki, I.

Vanossi, R. Identifizierung von Niob 304.

Vanreusel, L., Verwimp, J., und van Tiggelen, A. Spektralanalytische Untersuchung pulverförmiger Stoffe 117.

Vanselow, C. H., siehe Gordon, L.

Vargas Fuentes, I. Bestimmung der Säurezahl pflanzlicher Öle 148.

Vašák, V., siehe Šedivec, V.

Vastagh, G., und Tuzson, J. Papierchromatographische Trennung der Digitalisglucoside 389.

Večeřa, M., siehe Jureček, M.

Venkataramanan, K., siehe Ramakrishnan, T.

Venturello, G., und Ghe, A. M. Rundfilterpapierchromatographie 76. — Zusammenhang zwischen Fläche und Ionenkonzentration in der Ringpapierchromatographie 288.

Vercellone, A., siehe Pasini, C.

Veres, L., siehe Ferencz, V.

Versorese, W., siehe Bergamini, C.

Verwimp, J., siehe Vanreusel, L.

Vetrano, J. B., siehe Banus, M. D.

Vezinet, P., siehe Brun, J.

Vieböck, F., und Schwappach, Apparat zur Methoxylbestimmung 155.

Vigier, R., siehe de Saint-Chamant, H.

Vigyázo-Vámos, L. Nachweis von Glucose, Fructose, Saccharose, Maltose und Raffinose auf Papierchromatogrammen 316.

Vinci, F. A. Bestimmungsmethoden für Beryllium 47.

Vizern, J., und Guillot, L. Nachweis von Ölbeimengungen in Erdnußöl 148.

Vlček, A. A. Polarographische Bestimmung von Chlor-Ion 309. — Polarographische Anzeige des Kohlendioxydgehalts 436.

Vogt, H. Chemische Wertbestimmung von Penicillin 157.

Vonesch, E. E., Guagnini, O. A., und Guagnini, S. V. Colorimetrische Eisenbestimmung 312.

Voter, R. C., und Banks, Ch. V. Bestimmung von Nickel mit 1,2-Cycloheptandiondioxim 61.

Wada, E., und Kobashi, Y. Papierchromatographische Bestimmung von organischen Säuren in Tabakblättern 39.

Wade, H. E., und Morgan, D. M. Ionophoretische Trennung von Adenosintriphosphat, Adenosindiphosphat, Adenosin-5-phosphat, Orthophosphat, Pyrophosphat 42.

Wadelin, C., und Mellon, M. G. Arsenbestimmung 142.

Wagner, G. Papierchromatographische Trennung einiger Lokalanästhetica 391. — Von Sulfonamiden 464.

Wagner, K. H. Vitamin A-Verluste bei Bestrahlung der Milch 355.

Wagner, R., siehe Fricke, R., sowie Parnas, J. K.

Wallenfels, K. Papierchromatographische Zuckerbestimmung 451.

Wallenfels, K., Bernt, E., und Limberg, G. Papierchromatographische Bestimmung reduzierender Zucker 451.

de Walt jr., C. W., siehe Glenn, R. A.

Walter, H. R., siehe Stich, W.

Walter, J. L., und Freiser, H. Queckſilberbestimmung mit 2-(o-Oxyphenyl)-benzimidazol 364.

Warren, Ch. W., siehe Trenner, N. R.

Washbrook, C. C., siehe Pickles, D.

Washburn, E. R., siehe Slatensek, J. M.

Washburn, H. W., Berry, C. E., und Hall, L. G. Massenspektrometrische Bestimmung der Deuteriumoxydkonzentration in Wasserproben 220.

Watt, G. W., und Chrisp, J. D. Spektrophotometrische Bestimmung von Hydrazin 303.

Waygood, E. R., siehe Ujejski, L.

Weaver, B. Trennungsfaktor 281.

Wedepohl, K. H. Spektralanalytische Untersuchungen zur Geochemie des Zinks 117.

Wegner, E. Papierchromatographischer Nachweis von Nicotin, Nornicotin und Anabasin 464.

Weihrich, R. Die chemische Analyse in der Stahlindustrie 230 [L].

Weingerow, N. L. Gasanalyse auf optisch-akustischer Grundlage 121.

Wenger, P. E., siehe Besso, Z.

Wennerstrand, B., siehe Kinnunen, J.

Werle, E., und Koch, J. Sprühreagens zur Erkennung von Nicotin, Nornicotin und Anabasin 464.

Werner, W., siehe Schulz, M.

West, Ph. W. Fortschritte in der Tüpfelanalyse 365.

West, T. S., siehe Belcher, R.

Wheeler jr., Ch. M., und Houle, C. G. Analyse binärer Gemische von Morpholin mit Anilin, Benzol, Äthanol oder Wasser 378.

White, J. L., siehe Talvenheimo, G.

White, P., siehe Gillam, A. E.

Whitmore, W. F., und Lieber, E. Identifizierung von Alkoholen durch Schmelzpunkt ihrer Xanthogenate 114.

Wiberley, St. E., Bassett, L. G., Burrill, A. M., und Lyng, H. Spektrophotometrische Bestimmung von Selen und Tellur in Mg-Legierungen 459.

Widmark, G. Mikronachweis von C, N, P, As, F, Cl, Br, J und S in organischen Verbindungen 64.

Wiele, H. Zur Schwefelbestimmung in Schwefelkiesen nach dem Verfahren von Grote und Krekeler 275 [Or].

Wiese, H. K., siehe Gallo, S. G.

Wiesenberger, E. Bestimmung von Acetyl- und C-Methylgruppen 367.

Wieser, G., siehe Haack, A.

Wight, K., und Burk, D. Apparat zur Registrierung der Änderungen des Redoxpotentials und p_H-Wertes 444.

Wilborn, F. Physikalische und technologische Prüfverfahren für Lacke und ihre Rohstoffe 456 [L].

Willard, H. H., siehe Gordon, L.

Willard, M. L., siehe Braddock, L. I.

Willberg, B. Bestimmung von Vitamin C 358.

Mac William, I. C., siehe Harris, G.

Williams, A. F. Chromatographische Bestimmung größerer Mengen Glycerin 385.

Williams, D. D., Blachly, C. H., und Miller, R. R. Photometrische Bestimmung von Sauerstoffspuren in Gasen 291.

Williams, M. B., und Moser, J. H. Colorimetrische Calciumbestimmung mit Ammoniumpurpurat 48.

Williams, R. B., Hastings, S. H., und Anderson jr., J. A. Ultrarotspektroskopische Bestimmung von Benzol und alkylaromatischen Kohlenwasserstoffen in naphthenischen Erdölen 119.

Williams, R. J. P., siehe Irving, H. M.

Williams, W. L., siehe Esposito, R. G.

Willstätter, R., und Schudel, G. Jodometrische Bestimmung von Adeninthiomethylribosid und 5-Thiomethylribose 400.

Wilson, C. L., siehe El-Badry, H. M.

Winkler, W. O. Methoden zur Untersuchung von Citronenöl 239.

Winsor, P. A., siehe Lumb, E. C.

Wintersteiner, O., siehe Lieb, H.

Wirth, H. Analytische Trennung von Äthan, Äthylen und Acetylen 368.

Wise, C. S., siehe Jeanes, A.

Wise, E. N., Gilles, P. W., und Reynolds jr., Ch. A. Automatische Bestimmung des Äquivalenzpunktes bei coulometrischen Titrationen 282.

Witschonke, C. R. Bestimmung der Gefrierpunkte und kryoskopischen Konstanten in organischen Verbindungen 367.

Wittig, G., und Raff, P. Natriumtetraphenyloborat als Reagens 254.

Woiwod, A. J. Auswertung von Papierchromatogrammen 454.

Wolf, S. Zur Analytik des pp′-Dichlordiphenyltrichloräthans (DDT) 415 [Or].

Wolfarth, J. S., siehe Glenn, R. A.

Wolff, J. H., siehe Bister, F.

Woodhead, H. B., siehe Brindle, H.

Wreath, A. R., siehe Bell, R. N.

Wrigge, F. W., siehe Geilmann, W.

Wright, M. L., siehe Freund, H.

Wright, N., siehe Baker, A. W.

Wüst, K., siehe Andress, K. R.

Wurzschmitt, B., und Zimmermann, N. Aufschluß organischer Verbindungen mit Natriumperoxyd 103.

Wyatt, G. M., siehe Harvey jr., Au. E.

Zábranský, Z. Bestimmung von Wismut in metallischem Kupfer 457.

Zabrodina, K. S., siehe Terentev, A. P.

Zaffaroni, A., siehe Burton, R. B.

Zbinovsky, V., und Burris, R. H. Verteilungschromatographische Trennung organischer Säuren 445.

Ziegler, M., und Glemser, O. Colorimetrische Titanbestimmung in Roheisen und Stahl 112.

Zielińska, Z. M. Bestimmung von Aminosäuren neben Harnsäure und Ammoniak 455.

Zill, L. P., siehe Khym, J. X.

Zimmermann, M. Schwefelbestimmung in organischen Substanzen 66. — Photometrische Metall- und Wasseranalysen mit Zeiss-S-Filtern und mit Spektralphotometern 230[L].

Zimmermann, N., siehe Wurzschmitt, B.

Zimmermann, W. Mikrobestimmung von Schwefel in organischen und anorganischen Verbindungen 366. — Berechnung der Harn-17-Ketosteroide 396.

Zöhler, A., siehe Graue, G.

Zook, E. G., siehe Ellis, G. H.

Zuman, P. Polarographische Bestimmung der Anthocyane 377. — Polarographische Analyse pharmazeutischer Präparate 387.

Zuman, P., und Šantavý, F. Polarographie herzwirksamer Glucoside 389.

Zwiauer, J., siehe Konopik, N.

Zýka, J., siehe Přibil, R.

Sachverzeichnis.

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen.)

Abfallprodukte, Bestimmung von Arsen in Gegenwart von Phosphor 142.

Abwasser, siehe Wasser.

Acetamid, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Acetanilid, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Acetat-Ion, colorimetrische Bestimmung auf Grund der Reaktionen mit Jod und seltenen Erden 447.

Acetessigsäure, R_f-Wert 318.

Aceton-2,4-dinitrophenylhydrazon, R_f-Wert 318.

Acetonunlösliches, Bestimmung in Lecithinen 152.

Acetophenon, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Acetylaneurin, R_f-Wert 393.

Acetylcholin, Farbreaktionen 35; Nachweis mit Tetraphenyldiboroxyd 30; Nachweis im Weißdorn 153; R_f-Wert 393.

Acetylen, Verfahren und Gerät zur colorimetrischen Bestimmung 315; Trennung von Äthan und Äthylen 368.

Acetylgruppen, Mikrobestimmung 367.

Acetyl-β-methylcholin, R_f-Wert 393.

Acetylsalicylcholin, R_f-Wert 393.

Acetylthiocholinjodid, R_f-Wert 393.

Aconitsäure, chromatographische Bestimmung 447; 448.

Acrylnitril, Bestimmung mit Hilfe von Laurylmercaptan 371.

Adenin, colorimetrische Bestimmung 400; Titration in wasserfreien Lösungen 399.

Adeninhydrochlorid, Titration in wasserfreien Lösungen 399.

Adeninthiomethylribosid, Bestimmung 400.

Adenosin, Titration in wasserfreien Lösungen 399.

Adenosindiphosphat, elektrophoretische Abtrennung aus einem Gemisch 42.

Adenosinphosphate, papierchromatographische Trennung von anderen organischen Phosphorsäureestern 318.

Adenosin-5-phosphat, elektrophoretische Abtrennung aus einem Gemisch 42.

Adenosintriphosphat, Abtrennung aus einem Gemisch 42.

Adipinsäure, Nachweis in Lebensmitteln 140; papierchromatographische Bestimmung 448.

Äpfelsäure, chromatographische Bestimmung 447; 448; Bestimmung in Tabakblättern 39; Bestimmung in Früchten mittels Ionenaustauschchromatographie 379.

Äquivalenzpunkt, Lage des Äquivalenzpunktes und des Potentialsprungs bei potentiometrischen Bestimmungen 284.

Äthan, analytische Trennung von Äthylen und Acetylen 368.

Äthanol, Bestimmung durch Verbrennung an Kupferoxyd 368; Untersuchung binärer Gemische mit Morpholin 378; siehe auch Äthylalkohol

Ätherische Öle, Methoden der Analyse 152.

Äthylalkohol, Schmelztemperatur des Xanthogenates 115; Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200; siehe auch Äthanol.

α-Äthylaryläther, Analyse 68.

Äthylchlorid, chromatographische Bestimmung 442.

Äthylen, Adsorption und Desorption an Silicagel in der Luft 140; Trennung von Äthan und Acetylen 368.

Äthylenchlorid, Bestimmung in Luft 231.

Äthylendiamin, quantitative Bestimmung 350.

Äthylendiamintetraessigsäure, siehe Komplexone.

Äthylendimercaptoessigsäure, bromometrische Bestimmung 376.

Äthylenglykol, R_f-Wert 372; Bestimmung von 1,2-Propylenglykol in Äthylenglykol 373.

2-Äthylhexanol-1, Bestimmung neben Octanol-1 363.

Äthylphenole, R_f-Werte 374.

Alanap-1, siehe N-1-Naphthylphthalaminsäure.

Alanin, papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

β-Alanin, Identifizierung durch physikalische Konstanten 69.

Albumin-Globulinverhältnis, colorimetrische Bestimmung 319.

Aldehyde, gasvolumetrische Bestimmung 67; Bestimmung in Citronenöl 240.

Algen, Feststellung der Bildung oder Aufnahme von Gasen durch Registrierung von p_H-Änderungen 444.

Aliphatische Amine, Identifizierung 368; papierchromatographischer Nachweis flüchtiger Amine 369.

Aliphatische Aminoverbindungen, Bestimmung in Luft 74.

Alkalijodide, Nachweis von Bromiden 134.

Alkalimetalle, Trennung und Nachweis auf Papierchromatogrammen 220.

Alkaloide, Bestimmung im Mutterkorn 153.

Alkohol, Schnellbestimmung in Traubentrestern 378.

Alkohole, papierchromatographischer Nachweis mehrwertiger Alkohole 371; Kennzeichnung durch die eutektischen Temperaturen ihrer Xanthogenate mit Dicyandiamid 114; Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200; Bestimmung höherer Alkohole nach der Auflösungstitration 363.

Alkylaromatische Kohlenwasserstoffe, ultrarotspektroskopische Bestimmung in naphthenischen Erdölen 119.

Allethrin (Insecticid), Titration in nicht wäßriger Lösung 237; Bestimmung in Packmaterialien 237.

Aluminium, Extraktion mit Acetylaceton 49; komplexometrische Mikrobestimmung 216; in pharmazeutischen Produkten 213; Bestimmung von Spuren durch Aktivierung in technischen Produkten 236; photometrische Bestimmung in Mg-Legierungen 459; in Zink und Zinklegierungen 460; colorimetrische Bestimmung von Antimon in Aluminium 460.

Aluminiumlegierungen, spektrophotometrische Untersuchung 233; komplexometrische Bestimmung von Magnesium 461; nephelometrische Bestimmung von Zinn 462; elektrolytische Bestimmung von Bi, Cu und Pb 462.

Aluminiumoxyd, Bestimmung in Tonmineralien 78.

Aluminiumsalze, Beeinträchtigung der Emission der Erdalkalien bei der flammenphotometrischen Bestimmung durch Al-Salze 327.

Ameisensäure, Bestimmung mittels Reduktion von $HgCl_2$ zu Hg_2Cl_2 447; Trennung von Formaldehyd in sulfithaltigen Abwässern 75.

Amide, colorimetrische Bestimmung als Hydroxamsäuren 370.

4-Amido-4′-halogendiphenyle, Reagenzien auf Sulfat 132.

Amine, Nachweis von primären, sekundären und tertiären Aminen mit geschmolzenem Kaliumrhodanid 68; Reagens zur Bestimmung von primären und sekundären neben tertiären Aminen 69; papierchromatographisches Verhalten 369; siehe auch aliphatische Amine.

ε-Aminocapronsäure, Identifizierung durch physikalische Konstanten 69.

Aminocarbonsäuren siehe Monoamino-Monocarbonsäuren.

Aminosäuren, Identifizierung durch physikalische Konstanten 69; Nachweis mit aromatischen Aldehyden auf Papierchromatogrammen 451; papierchromatographische Identifizierung 40; in hydrolysiertem Prothrombin 453; genaue Bestimmung auf Papierchromatogrammen 454; Genauigkeit der papierchromatographischen Bestimmung 452; quantitative Bestimmung mit eindimensionaler Papierchromatographie 453; Streifenpapierchromatographie für Serienuntersuchungen 287; R_f-Werte 39, 40; chromatographische Bestimmung neben viel Kohlenhydraten 453; papierchromatographische Bestimmung in Eiweißhydrolysaten 454; Bestimmung neben Harnsäure und Ammoniak 455.

p-Aminosalicylsäure, elektrophoretische Bestimmung 391; CS_2-Verbindung der PAS als mikrochemisches Reagens 364.

Aminoverbindungen, aliphatische, summarische Bestimmung in Luft 74.

Ammoniak, Bestimmung mit Nesslers Reagens 227; maßanalytische Bestimmung mit Kaliumbromatlösung 423; Bestimmung durch Fällung neben Harnstoff 227; Bestimmung von Aminosäuren neben Ammoniak 455.

Ammoniumsulfid, Verwendung als Gruppenreagens in der qualitativen Analyse 292.

Ammoniumthiocyanat, coulometrische Bestimmung von Thioharnstoff neben Ammoniumthiocyanat 438.

Ammoniumverbindungen, Nachweis von quartären Ammoniumverbindungen mit Tetraphenyldiboroxyd 30.

Amperometrie, neuere Fortschritte 361; Verwendung von Polarisationskurven bei konstanter Spannung 286; Entfernung des störenden Sauerstoffs 436; Bestimmung von Zink mit Kaliumhexacyanoferrat(II) 225; mit Dinatriumäthylendiamintetraacetat 210; von Thallium 226; von Kobalt und Nickel mittels α-Nitroso-β-naphthylamin 128.

n-Amylalkohol, Schmelztemperatur des Xanthogenates 115; Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

n-Amylamin, chromatographischer Nachweis 369.

p-tert.-Amylphenol, R_f-Wert 375.

β-Amyrin, papierelektrophoretischer Nachweis 41.

Anabasin, papierchromatographischer Nachweis 464.

Anästhesin, papierchromatographische Bestimmung 391.

Analytische Chemie, Praktikum 2. T. (Souci, Thies und Fischler) 219 [L].

Aneurin, R_f-Wert 393; papierchromatographische Trennung von seinem Mono-, Di und Triphosphat 381.

Anilin, Analyse binärer Mischungen mit Morpholin 378.

Anisaldehyd, papierchromatographischer Nachweis in Dessertwein und weinhaltigen Getränken 21; papierchromatographische Trennung von den Aromastoffen des Weines 24.

Anorganische Ionen, papierchromatographischer Nachweis 38.

Anorganische Kationen, chromatographische Trennung 441.

Anorganische Mikroanalyse 42.

Anorganische Verbindungen, Mikrobestimmung von Schwefel 366.

Anthocyane, polarographische Bestimmung 377.

Antimon, Halbmikronachweis 56; Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Extraktion und photometrische Bestimmung mit Rhodamin B 264; photometrische Bestimmung mit Thioharnstoff 81; R_f-Wert

38; oxydimetrische Titration 56; Bestimmung als Sulfid 294; Titration mit Perjodat 294; colorimetrische Mikrobestimmung mit Triphenylarsoniumjodid 304; colorimetrische Bestimmung in Zink, Aluminium und Zinn 460.

Antimon(III), Titration mit Perjodat 124.

Antimonhaltige Legierungen, Zinnbestimmung durch Destillation 54.

Antimonpentoxyd, Bestimmung von Sb_2O_4 neben Sb_2O_5 56.

Antimontetroxyd, Bestimmung neben Sb_2O_3 und Sb_2O_4 56.

Antimontrioxyd, Bestimmung von Sb_2O_4 neben Sb_2O_3 56.

Antipyrin, Titration in nicht wäßriger Lösung 388.

Antrenyl, Farbreaktionen 35.

Arabinose, Tüpfelreaktion 139; Bestimmung durch Ionenaustausch 317.

Arachinsäure, chromatographische Bestimmung des Methylesters 446.

Arbutin, chromatographische Bestimmung in Extr. Uvae Ursinae 395.

Argentometrie, Indicatoren, bestehend aus oxydierendem Metallsalz und Amin 124; Säurerot 6 B als Adsorptionsindicator in der Argentometrie 124.

Arginin, papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

Argon, chromatographische Bestimmung 442.

Aromastoffe, papierchromatographische Trennung von Eugenol und Anisaldehyd von den Aromastoffen des Weines 24.

Aromatische Nitroverbindungen, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Arsen, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; oxydimetrische Titration 56; Bestimmung mit Perjodat 294; R_f-Wert in Mischung mit Metall-Ionen 38; radiometrische Bestimmung in sehr reinen Eisenproben 61; Bestimmung in Legierungen in Gegenwart von Phosphor 142; Mikronachweis in organischen Verbindungen 64; jodometrische Bestimmung in arsenorganischen Verbindungen 103.

Arsen(III), Titration mit Perjodat 124.

Arsen(V), Bestimmung mit Hilfe von Thiosalzen 292; gravimetrische Bestimmung mit Hilfe von Ammoniumsulfid 293.

Arsenige Säure, coulometrische Titration mit automatischer Endpunktbestimmung 282.

Arsenorganische Verbindungen, jodometrische Arsenbestimmung 103.

Arsen(III)-oxyd, Titration mit Perjodat 123.

Arzneimittel-Synthese (Kaufmann) 387 [L].

Arzneispezialitäten, Untersuchung nach Grote und Krekeler 366.

Arzneizubereitungen, Untersuchung nach Grote und Krekeler 366.

Ascorbinsäure, papierchromatographische Bestimmung 381; siehe auch Vitamin C.

Asparagin, R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

Asparaginsäure, papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

dl-Asparaginsäure, Identifizierung durch physikalische Konstanten 69.

Atmosphärische Luft, siehe Luft.

Atmung, Untersuchung durch Registrierung von p_H-Änderungen 444.

Atomphysik, Einführung (Finkelnburg) 432 [L]; (Bechert-Gerthsen) 433 [L].

Atropin, Titration in nicht wäßriger Lösung 388.

Auflösungstitration 363.

Aureomycin, siehe Chlortetracyklin.

Automatische Titrationen, Vermeidung des Übertitrierens 122.

Bakterien, Feststellung der Bildung oder Aufnahme von Gasen durch Registrierung von p_H-Änderungen 444.

Barbitursäurederivate, Titration in nichtwäßrigen Lösungen 200.

Barium, komplexometrische Bestimmung mit neuem Indicator 297.

Bariumsulfat, komplexometrische Untersuchung 210.

Bauxit, komplexometrische Galliumbestimmung 50.

Beckman-Spektrophotometer, Verbesserung an der Zellenhalterung 120.

Behensäure, chromatographische Bestimmung des Methylesters 446.

Benzin, Bestimmung neben Terpentin und Colophonium in Luft 74.

Benzol, ultrarotspektroskopische Bestimmung in naphthenischen Erdölen 119; Analyse binärer Gemische mit Morpholin 378.

Benzophenon, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Benzoylcholin, R_f-Wert 393.

S-Benzoylmercaptoessigsäure, brometrische Bestimmung 376.

Benzylbenzoat, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

S-Benzylmercaptoessigsäure, brometrische Bestimmung 376.

S-Benzylthioäpfelsäure, bromometrische Bestimmung 376.

Bernsteinsäure, papierchromatographische Bestimmung 448; Bestimmung von Isovaleraldehyd nach Komarowsky 373; Vorkommen in Tabakblättern 39.

Beryllium, Übersicht über Bestimmungsmethoden 47; komplexometrische Bestimmung 201; Mikrobestimmung in biologischem Material 158; Bestimmung von Berylliumcarbid in Berylliummetall 47; Bestimmung von Berylliumoxyd in Berylliummetall 47.

Berylliumcarbid, Bestimmung in Berylliummetall 47.

Berylliumerze, Analysenmethoden 47.

Berylliumlegierungen, Analysenmethoden 47.

Berylliumoxyd, Bestimmung in Berylliummetall 47.

Berylliumstaub, Bestimmung in der Luft 47, 48.

Betain, R_f-Wert 393.

Betulin, papierelektrophoretischer Nachweis 41.

Betulinsäure, papierchromatographischer Nachweis 41.

Bier, chemische Bestimmung von Monobromessigsäure 17.

Bilder zur qualitativen Mikroanalyse anorganischer Stoffe (Geilmann und Geilmann) 219 [L].

Bilirubin, Mikrobestimmung im Serum 399.

Biologische Flüssigkeiten, photometrische Bestimmung von Citronensäure 392.

Biologisches Material, Bestimmung von Beryllium 158; von Kobalt-Spuren durch Aktivierung 236.

Bis-(3-chlor-2,4-diketochromanyl-3)-essigsäureäthylester, Sprühreagens zum papierchromatographischen Nachweis von Lobelin, Lobelanin und Lobelanidin 39.

2,2-Bis-(p-methoxyphenyl)-1, 1, 1-trichloräthan, siehe Methoxychlor.

Blei, Identifizierung 43; Nachweis mit Hilfe der Fällungschromatographie 440; Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; R_f-Wert 38, 289; komplexometrische Bestimmung mit Dithizon als Indicator 215; komplexometrische Bestimmung neben Eisen 333; Titration mit Sulfidlösung unter Verwendung von Dithizon 298; Störungen durch Zink und Eisen bei der anodischen Abscheidung als Bleidioxyd 259; Bestimmung in metallischem Zink und metallischem Cadmium 55; in Zink und Cadmiumsulfatlösungen 54; elektrolytische Bestimmung in Al-Legierungen 462.

Bleidioxyd, Störungen durch Zn und Fe bei der anodischen Abscheidung von Blei 259.

Bleiglanz, Bestimmung von Schwefel 142.

Bleijodid, Titration mit Perjodat 123.

Bleistiftcolorimeter zur p_H-Bestimmung 443.

Blende, Bestimmung von Schwefel 142.

Blüten, polarographische Anthocyanbestimmung 377.

Blütenkeime, colorimetrische Bestimmung von Rutin 390.

Blut, spektrophotometrische Bestimmung der Oxyhämoglobinsättigung und des Sauerstoffs 392; papierchromatographische Identifizierung von Ketosäuren 317; papierchromatographische Zuckerbestimmung 451.

Blutzucker, Fehlerquellen bei der Bestimmung 158.

Boden, Nachweis von Thiophos 239; Bestimmung von Metallkationen in Bodenauszügen 235; von Magnesium in Bodenauszügen 75, 76; von Zink in

Bodenauszügen 76; von Kobalt in Bodenauszügen 136; störende Wirkung der Kieselsäure bei der Phosphorsäurebestimmung 76.

Bor, gravimetrische Bestimmung 53; colorimetrische Bestimmung mit 1,1′-Dianthrimid in Pflanzen 339.

Bradosol, Farbreaktionen 35.

Brechweinstein, Titration mit Perjodat 123.

Brenzcatechin, R_f-Wert 375.

Brenztraubensäure, R_f-Wert 318.

Brom, Mikronachweis in organischen Verbindungen 64.

Bromid, argentometrische Titration 134; mit neuem Indicator 125; unter Anwendung von Dithizon 298; mercurimetrische Bestimmung 126; Nachweis in Alkalijodiden 134; Trennung von Jodid 19; Bedingungen für 100%ige Stromausbeute bei elektrochemischer Oxydation 285.

Brom-Ion, Nachweis 18; mit Hilfe der Fällungschromatographie 440; Bestimmung mit Hypochlorit 19.

Bronze, komplexometrische Zinkbestimmung 212.

n-Butanol, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200; Schmelztemperatur des Xanthogenates 115.

1,2,4-Butantriol, R_f-Wert 372.

n-Butylamin, chromatographischer Nachweis 369.

Butylenglykole, R_f-Wert 372.

Butyl-Kautschuk, Bestimmung der Jodzahl 150.

p-tert.-Butylphenol, R_f-Wert 375.

Butyrylcholin, R_f-Wert 393.

^{14}C siehe Kohlenstoff

Cadmium, Nachweis mit Hilfe der Fällungschromatographie 440; Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; colorimetrische Bestimmung mit Dithizon 225; R_f-Wert 289; coulometrische Bestimmung an mit Quecksilber bedeckter Platinelektrode 437; polarographische Bestimmung an mit Quecksilber bedeckter Platinelektrode 435; jodometrische Bestimmung 128; Titration mit Sulfidlösung unter Verwendung von Dithizon 298; komplexometrische Bestimmung mit Dithizon als Indicator 215; spektrophotometrische Titration mit Komplexon 202; Vermeidung der Störungen durch andere Ionen bei der komplexometrischen Titration 301; Abtrennung des Kupfers bei der Bestimmung in Legierungen 461; Spurenbestimmung durch Aktivierung in technischen Produkten 236; Bestimmung von Bleispuren in Cadmium 55.

Cadmium-Kupferlegierungen, Abtrennung des Kupfers bei der Cadmiumbestimmung 461.

Cadmiumsulfatlösung, Bestimmung kleiner Mengen Blei 54.

Calcium, colorimetrische Bestimmung mit Ammoniumpurpurat 48; spektrophotometrische Titration mit Komplexon 202; komplexometrische Bestimmung 201; mit neuem Indicator 297; neben Phosphat mit Hilfe von Anionenaustauschern 204; neben Eisen 333; in Wasser 205; in Kochsalzlösungen 205; in chloridreichen Lösungen 206; in silicathaltigem Material 207; in Erzen und Schlacken 206; in Zuschlagsmaterialien der Eisenindustrie 206; in Milch und Milchprodukten neben Phosphat 204; in pharmazeutischen Produkten 207, 213; im Serum 208, 209, 210; Serienbestimmung im Serum 209; Bestimmung durch Fällung in Bodenauszügen 235.

Calciumphosphate, Phosphatbestimmung 228.

Calciumsalze, Ca-Bestimmung in pharmazeutisch wichtigen Calciumsalzen 207, 208.

Carbaminoylcholin, R_f-Wert 393.

Carbazol, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Carbonsäuren, verteilungschromatographische Trennung 445; siehe auch Fettsäuren.

Carbonylverbindungen, Bildung und Untersuchung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 67.

S-Carboxymethylthiosalicylsäure, bromometrische Bestimmung 376.

Casein, Phosphorbestimmung durch Elektronenaktivierung 366.

Cer(III), Bedingungen für 100%ige Stromausbeute bei elektrochemischer Oxydation 285.

Cer(IV), maßanalytische Bestimmung 226.

Chalkopyrit, Halbmikroanalyse 77; Bestimmung von Schwefel 142.

Chemie, Lehrbuch der gesamten Chemie (Breusch) 279 [L].

Chemische Analyse in der Stahlindustrie (Weihrich) 230 [L].

Chemisches Praktikum für Mediziner (Bode und Ludwig) 157 [L].

Chemisches Rechnen auf elementarer Grundlage in Form einer Aufgabensammlung (Fiedler) 432 [L].

Chimie analytique appliquée à la métallurgie (Huybrechts) 456 [L].

Chinaldin, siehe 2-Methyl-8-oxychinolin

Chinidin, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Chinin, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Chinolin, Fluorescenz in sauren Lösungen 113.

Chlor, Mikronachweis in organischen Verbindungen 64; Bestimmung in der Luft 72; neben Chlorwasserstoff 73.

Chlorbenzol, Bestimmung in Luft 231.

Chlorid, argentometrische Bestimmung 309; mit neuem Indicator 125; unter Anwendung von Dithizon 298; mercurimetrische Titration mit Adsorptionsindicatoren 126; Bedingungen für 100%ige Stromausbeute bei elektrochemischer Oxydation 285; photometrische Bestimmung kleiner Mengen in Titanschwamm 234.

Chlor-Ion, Nachweis mit Hilfe der Fällungschromatographie 440; polarographische Bestimmung 309.

Chloroform, Bestimmung in Luft 231.

Chlorogensäure, Vorkommen in Tabakblättern 39; papierchromatographische Bestimmung in Weißdorn 392.

7-Chlor-8-oxychinolin, Nachweis durch Fluorescenz seiner Salze 378.

Chlortetracyklin, polarographische Bestimmung 464.

Chlorwasserstoff, Bestimmung von Chlor neben HCl in Luft 73.

Cholesterin, papierelektrophoretischer Nachweis 41; Fehlerquellen bei der Bestimmung im Serum 158.

Cholin, Nachweis größerer Mengen 35; mit Tetraphenyldiboroxyd 30; papierchromatographischer Nachweis 390; R_f-Wert 393; Nachweis in Weißdorn 153; Bestimmung nach Roman 352.

Cholsäure, Farbreaktion 398; papierchromatographische Bestimmung 398.

Chrom, komplexometrische Bestimmung 201; potentiometrische Bestimmung neben Fe in Chromiten 77; spektrophotometrische Bestimmung in Al-Legierungen 233; Bestimmung in Stahl und Gußeisen 79; von Sauerstoff in Chrom nach dem Vakuumschmelzverfahren 78.

Chromatographic Methods of Inorganic Analysis with Special Reference to Paper Chromatography (Pollard-McOmie) 361 [L].

Chromatographie, Bildung gut entwickelter Chromatogramme 441; Abhängigkeit der Wanderungsgeschwindigkeit von der Temperatur 439; Anwendung der Fällungschromatographie 440; selbstregistrierendes Refraktometer 438; Apparatur zur Verminderung des Verdampfungsfehlers 439; Nachweis der Mutterkornalkaloide 153; Halbmikrotrennung verschiedener Gase 442; Trennung anorganischer Kationen 441; Bestimmung von Distickstoffoxyd in Gasgemischen 442; von Edelgasen 442; von Kobalt mit Nitroso-R-Salz 136; von Glycerin in Gärlösungen 385; qualitative Analyse höherer Fettsäuren 236; Bestimmung von geradkettigen Fettsäuren 445; Trennung organischer Säuren mit sich fortschreitend verändernden Lösungsmitteln 446; von Carbonsäuren 445; von Fettsäuremethylestern in der Dampfphase 446; von Zuckern mittels Hydrocellulose 449; von Kohlenwasserstoff und sauerstoffhaltigen Verbindungen aus den Hydrierprodukten bituminöser Kohlen 387; Bestimmung von Farbstoffen in Lippenstiften, Schminken und kosmetischen Präparaten 150, 151; des Wertes alkaloidhaltiger Drogen 463; von Arbutin und Methylarbutin in Extr. Uvae Ursinae 395; des freien und veresterten Vitamins A 380; von Thiamin und seinen Phosphorsäureestern 381; von Aminosäuren neben viel Kohlenhydraten 453; Trennung gebundener Gallensäuren 397; der Cholinester 393; siehe auch Verteilungschromatographie, sowie Säulenchromatographie und Papierchromatographie.

Chromatography. A Review of Principles and Applications (Lederer-Lederer) 360 [L]. Practical Chromatography (Brimley-Barrett) 361 [L].

Chromite, potentiometrische Bestimmung von Chrom und Eisen nebeneinander 77.

Cincain, polarographische Bestimmung 391.

Cinchocain, polarographische Bestimmung 391.

Citronenöl, Analyse 239, 240.

Citronensäure, chromatographische Bestimmung 447, 448; Bestimmung in Tabakblättern 39; in Früchten mittels Ionenaustauschchromatographie 379; in biologischen Flüssigkeiten 392.

Codein, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Colchicin, chromatographische Bestimmung in Semen Colchici 463.

Colocynthin, Bestimmung in Extr. Colocynthidis 388.

Colophonium, Bestimmung neben Terpentin und Benzin in Luft 74.

Convallatoxin, polarographische Bestimmung 389.

Coulometer, elektronisches 437.

Coulometrie, neuere Fortschritte 361; elektronisches Coulometer 437; Bedingungen für Bestimmungen bei konstanter Stromstärke 285; automatische Bestimmung des Äquivalenzpunktes 282; Gehaltsbestimmung von Salzsäure 437; Bestimmung von Cd und Zn an mit Quecksilber bedeckter Platinelektrode 437; der Jodzahl ungesättigter Fettsäuren 148; von Thioharnstoff 438.

Cumarin, Bestimmung in Steinklee 152.

Cuproin siehe 2,2′-Dichinoyl.

Cyanid, Verlauf der Titrationskurve mit Silbernitratlösung 131; Titration mit Silbernitrat in alkalischer Lösung unter Verwendung von Dithizon 298; Bestimmung neben Cyanoferrat(II) mit Cer(IV)-sulfatlösung 131.

Cyanidin, Halbstufenpotential 377.

Cyanin, Halbstufenpotential 377.

Cyanoferrat(II), Bestimmung neben Cyanid mit Cer(IV)-sulfatlösung 131.

Cyanoferrat(III), Bestimmung mit Quecksilber in Gegenwart von Komplexbildnern 295; durch Reduktion mit Quecksilber(I)-salz in alkalischer Lösung 295, 296.

Cyclobutadien, Bestimmung mit Hilfe von Laurylmercaptan 371.

1,2-Cycloheptandiondioxim, (Heptoxim), Reagens zur Ni-Bestimmung 61, 228.

Cyclohexan, Bestimmung von Cyclohexanol und Cyclohexanon nach Komarowsky in Cyclohexan 373.

Cyclohexanol, Bestimmung nach Komarowsky in Cyclohexan 373.

Cyclohexanon, Bestimmung nach Komarowsky in Cyclohexan 373.

Cyclohexanthiol, Nachweis in hochschwefelhaltigen Roherdölen 146.

Cymarin, polarographische Bestimmung 389.

Cystein, colorimetrische Bestimmung 402.

Cysteinhydrochlorid, Nachweis 406.

Cysteinsäure, papierchromatographische Bestimmung 453.

Cystin, Nachweis, 406; R_f-Wert 38.

l-Cystin, optische Eigenschaften 176.

DDT, Bestimmung in Flußwasser 233; siehe auch pp′-Dichlordiphenyltrichloräthan.

Dead-stop-Titrationen, mit akustischer Endpunktsanzeige 121.

Dehydrocholsäure, Farbreaktion 398.

Delfinidin, Halbstufenpotential 377.

Delfinin, Halbstufenpotential 377.

Desoxycholsäure, Farbreaktion 398.

Desoxy-Dehydrocholsäure, papierchromatographische Bestimmung 398.

Dessertwein, papierchromatographischer Nachweis von Anisaldehyd und Eugenol 21.

Destillationsrückstand, Bestimmung in Citronenöl 240.

Deuteriumoxyd, massenspektrometrische Bestimmung in Wasser 220.

Diacetylen, quantitative Bestimmung 66.

Diäthyldithiocarbaminate, Extrahierbarkeit, 182, 190; p_H-Wert und Verteilung zwischen wäßriger Phase und CCl_4 (Tabelle) 190; Verwendbarkeit in der Analyse 182.

Diäthyldithiocarbaminsäure, Instabilität bei niedrigem p_H-Wert 296.

Diäthylenglykol, R_f-Wert 372.

Diäthyl-p-nitrophenylthiophosphat, siehe Thiophos.

Diäthylstilböstrol, Farbreaktion mit Perchlorsäure 396.

Dialkylsulfide, Identifizierung 68.

4,4′-Diaminotolansulfat, Löslichkeit 57.

Dibucain, polarographische Bestimmung 391.

Dichloräthyläther, Bestimmung in Luft 231.

o-Dichlorbenzol, Bestimmung in Luft 231.

pp′-Dichlordiphenyltrichloräthan, analytische Bestimmung 415.

1,1-Dichlor-1-nitroäthan, colorimetrische Bestimmung 370.

Digitalis purpurea, Wertbestimmung 389.

Digitalisglucoside, papierchromatographische Trennung 389.

Digitalispräparate, colorimetrische Bestimmung von Digitoxin 388.

Digitoxin, colorimetrische Bestimmung in Digitalispräparaten 388; in Digitalis purpurea 389.

Dimethyldichlorsilan, Gehaltsbestimmung 151.

Dimethylglyoxim, CS_2-Verbindung als mikrochemisches Reagens 364.

Dimethylphenole, R_f-Werte 374.

m-Dinitrobenzol, polarographische Bestimmung an mit Quecksilber bedeckter Platinelektrode 435; Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

α,β-Dioxy-β-äthylbuttersäure, papierchromatographische Bestimmung 372.

Dioxyketocholansäuren, Farbreaktion 398.

α,β-Dioxy-β-methylbuttersäure, papierchromatographische Bestimmung 372.

Diphenylamin-4,4-disulfonsäure, CS_2-Verbindung des Dinatriumsalzes, mikrochemisches Reagens 364.

S-Diphenylmethylmercaptoessigsäure, bromometrische Bestimmung 376.

Disaccharide, Trennung durch Ionenaustausch 317.

Distickstoffoxyd, chromatographische Bestimmung 442.

Dithiocarbaminate, disubstituierte, mikrochemische Reagenzien 264.

Dithizon, Anwendung als Extraktionsindicator 298.

Drogen, chromatographische Wertbestimmung 463.

Dünger, Bestimmung von Kobalt 136.

Edelgase, chromatographische Untersuchung 442.

Eiereiweiß, Nachweis der Zucker durch Tüpfelreaktion 139.

Einfache Versuche auf dem Gebiete der organischen Chemie (Holleman-Schuler) 314 [L].

Einführung in die Atomphysik (Finkelnburg) 432 [L].

Einführung in das Kunststoffgebiet (Schaefer) 383 [L].

Einführung in die organische Chemie (Diels) 312 [L].

Einführung in die organisch-technische Chemie, 3. Aufl. (Langenbeck) 384 [L].

Einführung in die Ultrarotspektroskopie (Brügel) 280 [L].

Eisen, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Bestimmung mit Perjodat 294; durch Absorptionsmessung des Eisen(III)-acetatkomplexes 311; colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen ohne Gerät 311; mit α-Picolinsäure 60; mit Formhydroxamsäure 312; spektrophotometrische Titration mit Komplexon 201; neben Uran 308; Bestimmung in Ferrum hydrogenio reductum 60; in Al-Legierungen 233; in metallurgischen Produkten neben Kupfer 458; neben Cr in Chromiten 77; Störung bei der anodischen Abtrennung von Blei 259; Ausschaltung bei komplexometrischen Titrationen 330; Abtrennung kleiner Mengen von Gallium mit stark basischen Anionenaustauschern 257; polarographische Bestimmung von Uran neben Eisen 308.

Eisen(II), Titration mit Perjodat 124; polarographische Bestimmung neben Eisen(III) 312.

Eisen(III), polarographische Bestimmung neben Eisen(II) in Gegenwart von Tiron 312; reduktometrische Bestimmung mit Hilfe von Quecksilber oder Quecksilber(I)-salz in Gegenwart von Komplexbildnern 61, 295.

Eisen(II)-ammoniumsulfat, Titration mit Perjodat 123.

Eisenerze, Eisenbestimmung mit Perjodat 294.

Eisenindustrie, komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg in Zuschlagmaterialien 206.

Eisenproben hoher Reinheit, Darstellung und Analyse 61.

Eiweiß, refraktometrische Gesamteiweißbestimmung 395; routinemäßige colorimetrische Bestimmung in Körperflüssigkeiten und Gewebe 160.

Eiweißhydrolysate, papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren 454.

Eiweißstoffe, Einfluß der UV-Bestrahlung auf die Eiweißstoffe der Milch 244.

Eläostearinsäure, Bestimmung der Jodzahl 149.

Electron Structures of Organic Molecules (Ferguson) 313 [L].

Elektrochemische Oxydation, Bedingungen für 100%ige Stromausbeute 285.

Elektrolytkupfer, Bestimmung von Arsen in Gegenwart von Phosphor 142.

Elektrophorese, Trennung von PAS und INH 391; von Thiamin und seinen Phosphorsäureestern 381; siehe auch Papierelektrophorese.

Ephedrin, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Erdalkalien, Beeinträchtigung der Lichtemission durch Al-Salze bei der flammenphotometrischen Bestimmung 327.

Erdnußöl, Nachweis von Ölbeimengungen 148.

Erdöl, Bestimmung von Stickstoff 146; siehe auch hochschwefelhaltiges Roherdöl, sowie naphthenische Erdöle.

Erdölprodukte, Bestimmung von Stickstoff 146; siehe auch Petroleum.

Erze, komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium 206; Bestimmung von Wolfram 143.

Eserin, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Essigsäure, alkalimetrische Bestimmung 58.

Ester, Bestimmung des Verseifungsäquivalents 147; in Citronenöl 240.

Eugenol, papierchromatographischer Nachweis in Dessertwein und weinhaltigen Getränken 21; papierchromatographische Trennung von den Aromastoffen des Weines 24.

Eulan NK, Farbreaktion 35.

Eulan NKFW, Farbreaktion 35.

Extractum Colocynthidis, Bestimmung von Colocynthin 388.

Extractum Uvae Ursinae, chromatographische Bestimmung von Arbutin und Methylarbutin 395.

Fällung aus homogener Lösung, Abscheidung von Phosphat als Magnesiumammoniumphosphat 228; von Thorium als Thoriumjodat 303.

Falicain, Lokalanästheticum, Analytik 155.

Farbstoffe, chromatographische Bestimmung in Lippenstiften, Schminken und kosmetischen Präparaten 150,151.

Ferrum hydrogenio reductum, Bestimmung von metallischem Eisen 60.

Fettsäuremethylester, chromatographische Trennung in der Dampfphase 446.

Fettsäuren, papierchromatographische Identifizierung und Bestimmung 445; chromatographische Untersuchung 236; verteilungschromatographische Halbmikrobestimmung 445; Bestimmung und Trennung von Triglyceriden mittels Harnstoffeinschlußverbindungen 384; coulometrische Bestimmung der Jodzahl 148; siehe auch Carbonsäuren.

Feuchtigkeit, Bestimmung in Stärke 140; siehe auch Wasser.

Filterstäbchen, Herstellung 300.

Flammenphotometrie, Bestimmung von K, Na und Li neben viel Erdalkali 321.

Flugstaub, Germaniumbestimmung 53.

Fluor, Mikronachweis in organischen Verbindungen 64; Störung des Nachweises in Leitungswasser 134.

1-Fluor-2,4-Dinitrobenzol, Reagens zur Unterscheidung primärer und sekundärer von tertiären Aminen 69.

Fluor-Ion, Titration kleiner Mengen mit Eisen(III)-salzlösung 133.

Fluororganische Verbindungen, Bestimmung in Luft 74.

Flußwasser, siehe Wasser.

Formaldehyd, Trennung von Ameisensäure in sulfithaltigen Abwässern 75.

Freon, chromatographische Untersuchung 442.

Fructose, Tüpfelreaktion 139; Nachweis mit p-Aminophenol auf Papierchromatogrammen 316; Trennung von anderen Zuckern durch Ionenaustausch 317; colorimetrische Bestimmung von Sedoheptulosan neben Fructose 451.

Früchte, Bestimmung von Äpfel-, Wein- und Citronensäure mittels Ionenaustauschchromatographie 379.

Fumarsäure, papierchromatographische Bestimmung 448; polarographische Überwachung der Hydrierung 240.

Funktionelle Gruppen, physikalische Methoden zur Analyse 66.

Furethrin, Bestimmung in Packmaterialien 237.

Futter, siehe tierisches Futter.

Futtermittel, Bestimmung von Kobalt 136.

Gäransätze, Bestimmung von Zucker und Phosphat 139; chromatographische Bestimmung von Glycerin 385.

Galactose, Tüpfelreaktion 139; Trennung von anderen Zuckern durch Ionenaustausch 317.

Gallenfarbstoffe, papierchromatographische Trennung 399.

Gallensäuren, Farbreaktion 398; chromatographische Trennung gebundener Gallensäuren 397.

Gallensaft, Bestimmung von Mandelsäure 398.

Gallium, komplexometrische Titration 50; Extraktion mit Acetylaceton 49; der Bromide und Jodide mit Äther 131; Trennung von Eisen mit einem stark basischen Anionenaustauscher 257; Bestimmung in Bauxiten und Silicaten 50; von Spuren durch Aktivierung in technischen Produkten 236.

Gallussäure, R_f-Wert 375.

Galvanometrische Analyse 362.

Gasanalyse, auf optisch-akustischer Grundlage 121; Bestimmung von CS_2, Thiophen und COS in Gasen 292; von O_2 und CO_2 290.

Gegenstromverteilung (Rauen-Stamm) 360 [L].

Gegenstromverteilungsapparat, Verbesserungen 129.

Gemüse, Nachweis von Hexachlorcyclohexan 70.

General Chemistry (Pauling) 432 [L].

Geochemie, spektralanalytische Untersuchung auf Zink 117.

Germanium, Bestimmungsmethoden 52; gravimetrische und maßanalytische Bestimmung 53, 54; Bestimmung im Flugstaub 53; in Kohle und Koks 53.

Getränke, alkoholfreie, Nachweis bromhaltiger Konversierungsmittel 71.

Getreide, colorimetrische Bestimmung von 1,1-Dichlor-1-nitroäthan 370.

Gewebe, routinemäßige Bestimmung von Eiweiß 160.

Gitoxin, polarographische Bestimmung 389.

Glas im chemischen Laboratorium (Friedrichs) 281 [L].

Globulin-Albuminverhältnis, colorimetrische Bestimmung 319.

Glucose, Tüpfelreaktion 139; Nachweis mit p-Aminophenol auf Papierchromatogrammen 316; Trennung von anderen Zuckern durch Ionenaustausch 317; Bestimmung in Urin 159.

Glucoside, polarographische Bestimmung 389.

Glutamin, R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

Glutaminsäure, Nachweis mit Aldehyden auf Papierchromatogrammen 452; Identifizierung durch physikalische Konstanten 69; papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert 38; des Thiohydantoins 40; chromatographische Bestimmung in Weizengluten und Glutenhydrolysaten 455.

Glutenhydrolysate, chromatographische Bestimmung von Glutaminsäure 455.

Glycerin, R_f-Wert 372; papierchromatographischer Nachweis im Tabak 384; chromatographische Bestimmung in Gärlösungen 385.

Glycin, Nachweis mit Aldehyden auf Papierchromatogrammen 452; Identifizierung durch physikalische Konstanten 69; papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert 38; des Thiohydantoins 40.

Glycocholsäure, chromatographische Bestimmung 397, 398.

Glykol, papierchromatographischer Nachweis 371; im Tabak 384.

Glykolsäure, papierchromatographische Bestimmung 448.

Glykolyse, Untersuchung durch Registrierung von p_H-Änderungen 444.
Gold, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Bestimmung als Sulfid 294; mit Hilfe der Adsorption an Äthylcellulose 223.
Gold(III)-Ionen, Titration mit Thiosulfatlösung unter Verwendung von Dithizon 298.
Granules, Verwendung an Stelle von Reagenslösungen 129.
Guanin, Titration in wasserfreier Lösung 399.
Guaninhydrochlorid, Titration in wasserfreien Lösungen 399.
Guanosin, Titration in wasserfreien Lösungen 399.
Gußeisen, Bestimmung von Schwefel nach der galvanometrischen Analyse 362; Bestimmung von Mangan und Chrom aus einer Einwaage 79.

Härte, komplexometrische Bestimmung in Wasser 202, 203, 205.
Hafnium, mikroskopische Unterscheidung von Zirkonium 302.
Halbtrocknende Öle, Nachweis im Erdnußöl 148.
Halogen, indirekte komplexometrische Bestimmung 203; Bestimmung nach Grote und Krekeler 366; Bestimmung nach der Diffusionsmethode 367; Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 366.
α-Halogendialkyläther, Analyse 68.
Handbuch der präparativen anorganischen Chemie (Brauer) 300 [L].
Handelskresylsäuren, papierchromatographische Bestimmung kleiner Phenolmengen 375.
Harn, Schnellbestimmung von Natrium 158; spektrophotometrische Bestimmung von Trypaflavin 319; siehe auch Urin.
Harn-17-Ketosteroide, Berechnung 396.
Harnsäure, Bestimmung von Aminosäuren neben Harnsäure 455.
Harnstoff, fällungsanalytische Bestimmung von Ammoniak neben Harnstoff 227.
Harnstoffeinschlußverbindungen 384.
Hautoberfläche, vergleichende p_H-Messungen 158.
Hederagenin, papierelektrophoretischer Nachweis 41.
Helium, chromatographische Bestimmung 442.
Heptoxim, siehe 1,2-Cycloheptandiondioxim.
n-Heptylamin, chromatographischer Nachweis 369.
Hexachlorcyclohexan, Nachweis in Gemüse 70.
cis-Hexahydroindan, chromatographische Trennung von Indan 387.
Hexahydrophthalan, chromatographische Trennung von Inden 387.
Hexosen, Mikrobestimmung mit Fehlingscher Lösung 138.
n-Hexylamin, chromatographischer Nachweis 369.
Histamin, R_f-Wert 393.
Histidin, Nachweis mit Aldehyden auf Papierchromatogrammen 452; R_f-Wert 38; des Thiohydantoins 40.
Hochfrequenztitration, neuere Fortschritte 361.
Hochschwefelhaltiges Roherdöl, Nachweis von Cyclohexanthiol 146.
Holzöl, Bestimmung der Jodzahl 149.
Homöopathische Tinkturen, Prüfungsmethoden 388.
Hydrazin, Mikronachweis 131; mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 132; spektrophotometrische Bestimmung 303; Titration mit Perjodat 124;
Hydrazinsulfat, Titration mit Perjodat 123.
Hydride, Bestimmung von wasseraktiven Hydriden in Salzen 130.
Hydrierprozeß, polarographische Untersuchung der Selektivität 240.
Hydrochinon, R_f-Wert 375; Titration mit Perjodat 123, 124.
Hydrogencarbonatventile, Herstellung 300.
Hydrolysierbare Ionen, Säurebestimmung neben hydrolysierbaren Ionen 362.
Hyoscyamin, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.
Hypoxanthin, Titration in wasserfreien Lösungen 399.

Indan, chromatographische Trennung von cis-Hexahydroindan und Phthalan 387.
Inden, chromatographische Trennung von Hexahydrophthalan 387.

Indicatoren, für argentometrische und mercurimetrische Titrationen 124, 125, 126; Phthaleinkomplexonat, ein neuer Indicator für Erdalkali-Ionen 297.

Indium, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Extraktion mit Acetylaceton 49; der Bromide und Jodide mit Äther 131; komplexometrische Titration 50, 214; Bestimmung in Sphalerit 50.

Indol,Cs_2-Verbindung als mikrochemisches Reagens 364.

Inorganic Syntheses (Bailar) 361 [L].

Ionen der II. Gruppe, halbquantitative Abschätzung 44.

Ionenaustausch, Trennung des Galliums von Eisen 257; von Zuckern 316.

Ionenaustauschchromatographie, Bestimmung von Äpfel-, Wein- und Citronensäure in Früchten 379.

Ionophorese, Trennung von Adenosintriphosphat, Adenosindiphosphat, Adenosin-5-phosphat, Orthophosphat und Pyrophosphat 42.

Isoamylalkohol, Schmelztemperatur des Xanthogenates 115.

Isobutanol, Bestimmung durch Verbrennung an Kupferoxyd 368; Schmelztemperatur des Xanthogenates 115.

Isoleucin, papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

dl-Isoleucin, Identifizierung durch physikalische Konstanten 69.

Isonicotinsäurehydrazid, Bestimmung nach verschiedenen Methoden 390; elektrophoretische Bestimmung 391; gasvolumetrische Bestimmung 156.

Isonitrosodimedon, Reagens auf Kobalt 135.

Isopropylalkohol, Schmelztemperatur des Xanthogenates 115.

Isovaleraldehyd, Bestimmung nach Komarowsky in Bernsteinsäure 373.

Jod, Mikronachweis in organischen Verbindungen 64.

Jodid, Bedingungen für 100%ige Stromausbeute bei elektrochemischer Oxydation 285; argentometrische Bestimmung mit neuem Indicator 124, 125; unter Anwendung von Dithizon 298; Titration mit Perjodat 124; katalytische Mikrobestimmung durch Entfärbung von Eisen(III)-rhodanid 310; quantitative Bestimmung nach der Jodcyanidmethode in Jodiden 134; Trennung von Bromid 19.

Jod-Ion, Nachweis mit Hilfe der Fällungschromatographie 440.

Jodometrie, CuO als Urtitersubstanz 123.

-7Jod-8-oxychinolin-5-sulfamin, Nachweis durch Fluorescenz seiner Salze 378.

Jodzahl, Bestimmung nach Rosenmund-Kuhnhenn 149; in rohem Butyl-Kautschuk 150; in Fettsäuren mit einer Doppelbindung 148.

Kaffeesäure, Vorkommen in Tabakblättern 39; papierchromatographischer Nachweis in Weißdorn 392.

Kalium, Bestimmung mit Natriumtetraphenyloborat 254; flammenphotometrische Bestimmung neben viel Erdalkali 321; Bestimmung in Kaliumsalzen 235; in Bodenauszügen 235.

Kaliumhexacyanoferrat(II), Titration mit Perjodat 123.

Kaliumjodid, Titration mit Perjodat 123.

Kaliummetaperjodat, maßanalytisches Reagens 123.

Kaliumphthalat, coulometrische Titration mit automatischer Endpunktsbestimmung 282.

Kaliumsalze, Bestimmung von K und Na 235.

Kalk, Bestimmung von ungebundenem Kalk in Silicatprodukten 80.

Kalkfreie Böden, siehe Boden.

Kalkhaltige Böden, siehe Boden.

Kalkstein, Abtrennung des Mangans bei der Analyse 144.

Kartoffelpreßsäfte, colorimetrische Bestimmung von Tryptophan und Tyrosin 241.

Kautschuk, siehe Butyl-Kautschuk.

α-Ketoglutarsäure, R_f-Wert 318.

Ketone, gasvolumetrische Bestimmung 67.

Ketosäuren, papierchromatographische Identifizierung im Blut 317.

Kieselsäure, Bestimmung in Tonmineralien 78; in Silicaten 51; Störung der

colorimetrischen Phosphorsäurebestimmung durch Kieselsäure 76.

Kinetische Analyse, mathematisches Verfahren zur Untersuchung von chemischen Reaktionen 281.

Klinisch-chemische Bestimmungen, Fehlerquellen 158.

Knochen, Bestimmung von Beryllium 159.

Kobalt, Mikronachweis 134; Nachweis und mikrogravimetrische Bestimmung mit Isonitrosodimedon 135; Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; colorimetrische Bestimmung als Diäthyldithiocarbaminat 222; mit Nitroso-R-Salz 135; polarographische Bestimmung an mit Quecksilber bedeckter Platinelektrode 435; amperometrische Bestimmung mittels α-Nitroso-β-naphthylamin 128; R_f-Wert 38, 289; Bestimmung als Nitroso-R-Salz mit und ohne Chromatographieren 136; mit 5,6-Benzochinaldinsäure 49; komplexometrische Titration 201; gravimetrische Bestimmung mit α-Nitroso-β-naphthylamin 128; spektrophotometrische Bestimmung in Al-Legierungen 233; radiometrische Bestimmung in sehr reinen Eisenproben 61; in biologischem Material 236; spektrochemische Bestimmung in Pflanzen 118; Bestimmung in pflanzlichem Material, Bodenauszügen, Futtermitteln, Dünger u. ä. 136.

Kochsalzlösungen, komplexometrische Bestimmung von Calcium und Sulfat 205.

Körperflüssigkeiten, routinemäßige Bestimmung von Eiweiß 160.

Kohle, Bestimmung von Germanium 53; von Schwefel mittels Eschka-Mischung 387.

Kohlendioxyd, polarographische Anzeige 436; Bestimmung in Gasgemischen 290.

Kohlenhydrate, Bestimmung von Aminosäuren neben viel Kohlenhydraten 453.

Kohlenhydrierung, Untersuchung von Phenolen und schwachen Säuren in wasserfeien Lösungsmitteln 199.

Kohlenoxyd, ultrarotspektroskopische Bestimmung in Luft 141.

Kohlenoxysulfid, Bestimmung in Gasen 292.

Kohlenstoff, Mikronachweis in organischen Verbindungen 64; Bestimmung nach Grote und Krekeler 366; in sehr reinen Eisenproben 61; ^{14}C-markiertes Material, Bestimmung 314.

Kohlenwasserstoffe, Bestimmung in Luft 73, 231; chromatographische Abtrennung sauerstoffhaltiger Hydrierprodukte 387; siehe auch alkylaromatische Kohlenwasserstoffe.

Kojisäure, photometrische Bestimmung 448, 449.

Koks, Germaniumbestimmung 53.

Komplexbildung, Verwendung zu analytischen Bestimmungsmethoden 289.

Komplexe siehe Metallkomplexe.

Komplexometrische Titrationen, Verwendung eines neuen Indicators 297; spektrophotometrische Endpunktsbestimmung 201, 202; Verwendung in der metallurgischen Analyse 201; Analyse der Fällungslösung für Viscose 385; Metallbestimmungen in der pharmazeutischen Analyse 213; Bestimmung von Silber und Halogenen 203; von Magnesium in Al-Legierungen 461; von Calcium und Magnesium in Milch 204; in Erzen und Schlacken 206; in Zuschlagmaterialien der Eisenindustrie 206; in silicathaltigem Material 207; in chloridreichen Lösungen 206; in pharmazeutischen Präparaten 207, 208; in pharmazeutisch wichtigen Calciumsalzen 207; im Serum 208, 210; Bestimmung der Wasserhärte 202, 203; von Calcium und der Gesamthärte in Wasser 205; von Ca und Mg neben Phosphat mit Hilfe von Anionenaustauschern 204; von Calcium und Sulfat in Kochsalzlösungen 205; von Calcium in pharmazeutischen Ca-Präparaten 208; im Serum 209; Serienbestimmung von Calcium im Serum 209; Vermeidung von Störungen bei der Titration von Zink (Cadmium, Nickel) 301; amperometrische Bestimmung von Zink mit Dinatriumäthylendiamintetraacetat 210; Nebeneinanderbestimmung von Zink und Magnesium 211; Bestimmung von Zink in Zinkkonzentraten oder Nickelsulfat 213; in metallurgischen Produkten 212; von Gallium und Indium 50; von Indium 214; von Thallium 215; von Thorium 215; von Thorium und Aluminium 216; Dithizon als Indicator bei der Bestimmung von Blei und Cadmium 215; Bestimmung von

Mangan(II)-verbindungen 217; von Mangan 217; von Bariumsulfat 210; von Sulfat 216; im Wasser 216; Ausschaltung größerer Eisenmengen 330; Nebeneinanderbestimmung von Nikkel und Zink 218; Mikrobestimmung von Palladium 218;

Komplexone, Anwendungsmöglichkeiten in der analytischen Chemie 201; in der photometrischen Analyse 1; Komplexe der seltenen Erden mit Trilon A und B 214.

Konduktometrie, neuere Fortschritte 361.

Konservierungsmittel, bromhaltige, Nachweis in alkoholfreien Getränken 71.

Konzentrate, komplexometrische Zinkbestimmung 212, 213; Bestimmung von Wolfram 143.

Kopraöl, Nachweis in Erdnußöl 148.

Kosmetische Präparate, Bestimmung der Farbstoffe 150, 151.

Kraftstoffe, Bestimmung von Tetraäthylblei 146.

Kreatin, Bestimmung mit Diacetyl in Organen 394.

Kreatinin, Bestimmung im Serum 319.

Kresole, R_f-Werte 374; ultrarotspektroskopische Unterscheidung von Phenol und den isomeren Kresolen 118.

Krypton, chromatographische Bestimmung 442; Trennung von Xenon im Trennrohr 44.

Kunststoffe, Einführung in das Kunststoffgebiet (Schäfer) 383 [L].

Kupfer, Nachweis mit Hilfe der Fällungschromatographie 440; Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; colorimetrische Bestimmung als Diäthyldithiocarbaminat 222; mit 2,2′-Dichinolyl 45; photometrische Bestimmung mit Äthylendiamintetraessigsäure 1; Bestimmung mit Hilfe der galvanometrischen Analyse 362; elektrolytische Bestimmung mit kontrolliertem Kathodenpotential 221; R_f-Wert 38, 289; jodometrische Bestimmung 128; komplexometrische Bestimmung 201; spektrophotometrische Titration mit Komplexon 201; Trennung von Mg als Methyloxinat 46; Bestimmung neben Kupfer(I)-oxyd und Kupfer(II)-oxyd 45; spektrophotometrische Bestimmung in Al-Legierungen 233; elektrolytische Bestimmung in Al-Legierungen 462; radiometrische Bestimmung in sehr reinen Eisenproben 61; polarographische Bestimmung in Weinasche 379; colorimetrische Bestimmung in pflanzlichem Material 144; spektrochemische Bestimmung in Pflanzen 118; Abtrennung bei der Cd- und Zn-Bestimmung in Legierungen 461; polarographische Bestimmung von Wismut in metallischem Kupfer 457; Bestimmung von Selen und Tellur in metallischem Kupfer 457; Bestimmung von Fe neben Cu in metallurgischen Produkten 458.

Kupfer(II), Bestimmung mit Hilfe von Quecksilber oder Quecksilber(I)-Ion 295.

Kupferkies, siehe Chalkopyrit.

Kupferoxyd, Urtitersubstanz in der Jodometrie 123.

Kupfer(I)-oxyd, Bestimmung neben Kupfer und Kupfer(II)-oxyd 45.

Kupfer(II)-oxyd, Bestimmung neben Kupfer und Kupfer(I)-oxyd 45.

Kurzes Lehrbuch der physikalischen Chemie (Ulich) 431 [L].

Laboratoriumstisch 129.

Lactose, R_f-Wert 38.

Lanthan, Trennung von Uran 226.

Lanthansalz zur Bestimmung von Acetat-Ion 447.

Larocain, papierchromatographische Bestimmung 391.

Laurinsäure, chromatographische Bestimmung des Methylesters 446.

Lebensmittel, Nachweis von Adipinsäure 140.

Lecithine, Bestimmung des Acetonunlöslichen 152.

Legierungen, Bestimmung von Arsen in Gegenwart von Phosphor 142; von Manganspuren durch Aktivierung 236.

Legierungshandbuch der Nichteisenmetalle (Brunhuber) 383 [L].

Lehrbuch der gesamt. Chemie (Breusch) 279 [L].

Lehrbuch der organischen Chemie, 12. Aufl. (Karrer) 313 [L].

Lehrbuch der physikalischen Chemie (Ulich) 431 [L].

Lein, Borbestimmung in der Asche 347.

Leitfähigkeitsmessung, Ausführung 121.

Leitfähigkeitstitrationen, Ausführung 121.

Leitungswasser, siehe Wasser.

Leucin, papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

dl-Leucin, Identifizierung durch physikalische Konstanten 69.

Lipide, Bestimmung 394.

Lippenrot, papierchromatographische Bestimmung der Farbstoffe 151.

Lippenstifte, chromatographische Bestimmung der Farbstoffe 150.

Lithium, Bestimmung als Sulfat 221; als Trilithiumphosphat 44; flammenphotometrische Bestimmung neben viel Erdalkali 321.

Lithocholsäure, Farbreaktion 398.

Lobelanidin, papierchromatographischer Nachweis 39; R_f-Wert 39, 40.

Lobelanin, papierchromatographischer Nachweis 39; R_f-Wert 39, 40.

Lobelin, papierchromatographischer Nachweis 39; R_f-Wert 39, 40.

Luft, Bestimmung von berylliumhaltigem Staub 48; von Selen und Selendioxyd 72; von freiem Chlor 72; von aktivem Chlor neben Chlorwasserstoff 73; von Kohlenwasserstoffen 73, 231; Adsorption und Desorption von Äthylenspuren an Silicagel 140; Bestimmung aliphatischer Aminoverbindungen 74; von 2-Nitropropan 370; von Kohlenoxyd 141; von fluororganischen Verbindungen 74; von Chlorkohlenwasserstoffspuren 231; von Terpentin, Benzin und Colophonium 74; von Thiophos 239.

Lupeol, papierelektrophoretischer Nachweis 41.

Luzerne, Borbestimmung in der Asche 347.

Lysin, papierchromatographische Bestimmung 452, 453; R_f-Wert 38; des Thiohydantoins 40.

Magnesium, indirekte Bestimmung mit Oxin 48; photometrische Bestimmung mit Eriochromschwarz T 224; komplexometrische Bestimmung 201; mit neuem Indicator 297; spektrophotometrische Titration mit Komplexon 202; Trennung von Cu als Methyloxinat 46; komplexometrische Bestimmung neben Zn 211; neben Eisen 333; colorimetrische Bestimmung mit Eriochromschwarz T in Wasser 224; Bestimmung in Bodenauszügen 75; 76, 235; komplexometrische Bestimmung in Erzen und Schlacken 206; in silicathaltigem Material 207; in Zuschlagmaterialien der Eisenindustrie 206; spektrophotometrische Bestimmung in Al-Legierungen 233; komplexometrische Bestimmung in Al-Legierungen 461; in Kochsalzlösungen 205; in chloridreichen Lösungen 206; in Milch und Milchprodukten neben Phosphat 204; in pharmazeutischen Präparaten 207, 213; im Serum 208, 210.

Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Zink 458; von Aluminium 459.

Maleinsäure, papierchromatographische Bestimmung 448; polarographische Überwachung der Hydrierung 240; papierchromatographische Trennung von Malonsäure 448.

Malonsäure, Vorkommen in Tabakblättern 39; papierchromatographische Bestimmung 448; Trennung von Maleinsäure 448.

Maltose, Tüpfelreaktion 139; Nachweis mit p-Aminophenol auf Papierchromatogrammen 316; R_f-Wert 38; Bestimmung durch Ionenaustausch 317.

Mandelsäure, Bestimmung im menschlichen Gallensaft 398.

Mangan, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Bestimmung mit 5,6-Benzochinaldinsäure 49; photometrische Bestimmung mit Dithiocarbaminaten 425; komplexometrische Bestimmung 201, 217, 302; neben Eisen 333; Tüpfelnachweis mit Oxin in Mineralien und Silicatgesteinen 310; spektrophotometrische Bestimmung in Al-Legierungen 233; Bestimmung in Stahl und Gußeisen 79; radiometrische Bestimmung in sehr reinen Eisenproben 61; Spurenbestimmung durch Aktivierung in technischen Produkten 236; Abtrennung bei der Analyse von Zementen und Kalkstein 144; katalytische Wirkung des Silbers bei der Oxydation zu Permanganat 60.

Mangan(II)-verbindungen, komplexometrische Titration 217.

Mannose, Tüpfelreaktion 139.

Manuel pratique de préparations organiques avec de petites quantités de substances (H. Lien und W. Schöniger) 63 [L].

Maßanalyse, allgemeine Theorie der Umschlagsschärfe 281.

Massenspektrometrie, Bestimmung von Deuterium in Wasser 220.

Meersalz, komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg 206.

Melanin in Tumoren, Untersuchung durch Registrierung von p_H-Änderungen 444.

Melibiose, Tüpfelreaktion 139.

Mercaptoessigsäure, bromometrische Bestimmung ihrer Derivate 375.

Mercurimetrie, Indicatoren 125.

Messing, komplexometrische Zinkbestimmung 212; Bestimmung von Arsen in Gegenwart von Phosphor 142.

Metallhalogenide, Ätherextraktion der Elemente der IIIb-Gruppe 130.

Metallkomplexe, Übersicht über die Anwendung in der analytischen Chemie 290.

Metallurgische Produkte, komplexometrische Bestimmung von Zink 212; Bestimmung von Eisen neben Kupfer 458.

Methanol, Bestimmung durch Verbrennung an Kupferoxyd 368.

Methionin, papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

Methoxychlor (Schädlingsbekämpfungsmittel), Bestimmung 236.

Methylalkohol, Schmelztemperatur des Xanthogenates, 115; siehe auch Methanol.

2-Methyl-5-Äthylphenol, R_f-Wert 375.

Methylarbutin, chromatographische Bestimmung in Extr. Uvae Ursinae 395.

Methylbromid, chromatographische Bestimmung 442.

Methylchlorid, chromatographische Bestimmung 442.

Methylchlorsilane, Gehaltsbestimmung 151.

Methylester von Fettsäuren, chromatographische Trennung in der Dampfphase 446.

C-Methylgruppen, Mikrobestimmung 367.

1-Methylheptylamin, chromatographischer Nachweis 369.

2-Methyl-8-oxychinolin, Nachweis durch Fluorescenz seiner Salze 378.

Methylpyridine, chromatographische Trennung von Pyridin 377.

Mikroanalyse, Entwicklung der Geräte und Apparaturen 129.

Mikrochemie, Entwicklung der Geräte und Apparaturen 129.

Milch, Einfluß der UV-Bestahlung auf die Inhaltsstoffe 244, 354; komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium neben Phosphat 204.

Milchdialysate, komplexometrische Ca- und Mg-Bestimmung 205.

Milchprodukte, komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg 204.

Milchsäure, Vorkommen in Tabakblättern 39; papierchromatographische Bestimmung 448.

Milchzucker, Tüpfelreaktion 139.

Mineralien, Nachweis von Mangan 310; jodometrische Zinnbestimmung 142.

Molke, komplexometrische Ca- und Mg-Bestimmung 205.

Molybdän, photometrische Bestimmung 133; komplexometrische Bestimmung 201; Bestimmung als Sulfid 293; von 5- und 6-wertigem Mo nebeneinander 133; kleiner Mengen nach Extraktion im Äther 306; mit Hilfe von Thiosalzen 292; spektrochemische Bestimmung in Pflanzen 118.

Molybdänelektrode, Eignung für p_H-Messungen 443.

Monazitsand, Bestimmung des Thoriums aus homogener Lösung 303.

Monoamino-Monocarbonsäuren, papierchromatographische Bestimmung 454.

Monobromessigsäure, chemische Bestimmung in Most, Obstsaft, Bier oder Wein 17.

Monomethyltrichlorsilan, Gehaltsbestimmung 151.

Monosaccharide, papierchromatographische Trennung von Oligosacchariden 316.

Monovinylacetylen, quantitative Bestimmung 66.

Morolsäure, papierelektrophoretischer Nachweis 41.

Morphin, chromatographische Bestimmung in Drogen 463; polarographische Bestimmung in Pflanzenextrakten 464.

Morpholin, Analyse binärer Mischungen mit Anilin, Benzol, Äthanol oder Wasser 378.

Most, chemische Bestimmung von Monobromessigsäure 17.

Mutterkorn, Bestimmung der Alkaloide 153.

Myristinsäure, chromatographische Bestimmung des Methylesters 446.

Naphthenische Erdöle, ultrarotspektroskopische Bestimmung von Benzol und alkylaromatischen Kohlenwasserstoffen 119.

Naphthochinone, papierchromatographische Trennung substituierter Naphthochinone 376.

1-Naphthol, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Naphthole, R_f-Werte 375.

S-(β-Naphthoyl)-mercaptoessigsäure, bromometrische Bestimmung 376.

N-1-Naphthylphthalaminsäure, (Herbicid), Mikrobestimmung 238.

Natrium, flammenphotometrische Bestimmung neben Erdalkali 321; Bestimmung in Bodenauszügen 235; in Kaliumsalzen 235; im Harn 158.

Natriumchlorit, Titration mit Natriumarsenit neben $NaHCO_3$ und Osmiumsäure als Katalysator 309.

Natriumdiäthyldithiocarbaminat, mikrochemisches Reagens 364.

Natriumhydrogencarbonat, Titration von Natriumchlorit neben $NaHCO_3$ 309.

Na-hydrogensulfid, Nachweis 406.

Natriumhydrogensulfit, Titration mit Perjodat 123.

Natriumnitrit, volumetrische Bestimmung von Nitrat 55.

Natriumsulfit, Titration mit Perjodat 123.

Natriumthiosulfat, Titration mit Perjodat 123.

Natriumtripolyphosphat, Bestimmungsverfahren 304.

Neodymnitrat, zur colorimetrischen Bestimmung von Acetat-Ion 447.

Neon, chromatographische Bestimmung 442.

Nickel, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; colorimetrische Bestimmung als Diäthyldithiocarbaminat 222; spektrophotometrische Bestimmung mit Heptoxim 228; Bestimmung mit 5,6-Benzochinaldinsäure 49; mit 1,2-Cycloheptandiondioxim 61; R_f-Wert 38, 289; amperometrische Bestimmung mit α-Nitroso-β-naphthylamin 128; spektrophotometrische Titration mit Komplexon 201; komplexometrische Bestimmung 201; Bestimmung in pflanzlichem Material neben anderen Metallen 145; komplexometrische Bestimmung neben Zink 218; spektrophotometrische Bestimmung in Al-Legierungen 233; radiometrische Bestimmung in sehr reinen Eisenproben 61; Extraktion des Nickeldimethylglyoxims mit Chloroform 272; Vermeidung der Störungen bei der komplexometrischen Titration 301.

Nickeldimethylglyoxim, Extraktion in Chloroform 272.

Nickeldimethylglyoximat, Löslichkeit 62.

Nickelsulfat, komplexometrische Zinkbestimmung 213.

Nicotin, papierchromatographischer Nachweis 464; spektrophotometrische Bestimmung in Tabak 153.

Nicotinsäure, papierchromatographischer Nachweis 390; papierchromatographische Trennung von Nicotinsäureamid und Vitaminen der B-Gruppe 380.

Nicotinsäureamid, papierchromatographischer Nachweis 390; papierchromatographische Trennung von Nicotinsäure und Vitaminen der B-Gruppe 380.

Niobium, colorimetrische Bestimmung mit Rhodanid 305; Identifizierung in zusammengesetzten Proben 304.

Nitrat, spezifische, empfindliche Reaktion 289; volumetrische Bestimmung in Natriumnitrit 55.

Nitrit, siehe Natriumnitrit.

Nitroparaffine, colorimetrische Bestimmung von sekundären Nitroparaffinen 370.

2-Nitropropan, colorimetrische Bestimmung in Luft 370.

Nitroprussiat, quantitative Bestimmung durch Einwirkung von Tetracyanonickelat 195.

α-Nitroso-β-naphthylamin als analytisches Reagens 128.

dl-Norleucin, Identifizierung durch physikalische Konstanten 69.

Normalsäuren, Titerstellung 122.

Nornicotin, papierchromatographischer Nachweis 464.

dl-Norvalin, Identifizierung durch physikalische Konstanten 69.

Novocain, papierchromatographische Bestimmung 391.

Novolacke, ultrarotspektroskopische Bestimmung des freien Phenols 119.

Nucleinsäuren, papierchromatographische Trennung von anderen organischen Phosphorsäureestern 318.

Nucleotide, Titration in wasserfreien Lösungen 400.

Nupercain, polarographische Bestimmung 391.

Oberflächenaktive Stoffe, Bestimmung in synthetischen Waschmitteln 80.

Obstsaft, chemische Bestimmung von Monobromessigsäure 17; polarographische Anthocyanbestimmung 377.

Octanol-1, Bestimmung neben 2-Äthylhexanol-1 363.

4-Octoxy-phenyl-guanidiniumchlorid, Reagens zur Bestimmung des Pikrat-Ions 172.

Öl, Nachweis von Ölbeimengungen in Erdnußöl 148; siehe auch halbtrocknende Öle und pflanzliche Öle.

Ölfarben, harzfrei, Analyse 147.

Oleanolsäure, papierelektrophoretischer Nachweis 41.

Oleinsäure, polarographische Überwachung der Hydrierung 240.

Oligosaccharide, papierchromatographische Trennung von Monosacchariden 316.

Olivenöl, Nachweis im Erdnußöl 148.

Opium, chromatographische Bestimmung in Drogen 463.

Optische Messungen des Chemikers und Mediziners (Löwe) 360 [L].

Organe, Bestimmung des Kreatins mit Diacetyl 394.

Organische Chemie, Einführung (Diels) 312 [L]; Lehrbuch (Karrer) 313 [L]; Organisch-technische Chemie (Langenbeck) 384 [L]; Einfache Versuche (Holleman-Schuler) 314 [L].

Organische komplexbildende Reagenzien, Selektivität 126.

Organische Säuren, Vorkommen in Tabakblättern 39; chromatographische Trennung mit sich fortschreitend verändernden Lösungsmitteln 446; Bestimmung in Tabakblättern 39.

Organische Substanzen, spezifische empfindliche Reaktion 289; Bestimmung der Gefrierpunkte und kryoskopischen Konstanten 367; Lochkartenmethode zur Identifikation von Ultrarotspektren 282; Theorie des Polarogramms 433; Analyse funktioneller Gruppen 66; Bestimmung in Wasser 232; Mikronachweis einzelner Elemente 64; Bestimmung von aktivem Wasserstoff 64; von Phosphor durch Elektronenaktivierung 365; von Sauerstoff nach Unterzaucher 65; von Schwefel 66, 366; von Sulfat 216; von Halogenen 366.

Ornithin, photometrische Bestimmung 455.

Orthophosphat, elektrophoretische Abtrennung aus einem Gemisch 42.

Oscillographische Polarographie, siehe Polarographie.

Osmium, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Bestimmung nach dem Probierverfahren 62; katalytische Submikrobestimmung 62; quantitative Bestimmung 62.

Osmium(VIII), Nachweis mit dem Amidoxim der Phenylessigsäure 229.

Oxalessigsäure, R_f-Wert 318.

Oxalsäure, chromatographische und papierchromatographische Bestimmung 447, 448; in Tabakblättern 39.

Oxime, CS_2-Verbindungen, mikrochemische Reagenzien 364.

7-Oxy-2-acetylaminofluoren, spektrophotometrische Bestimmung 159.

S-Oxyäthylthiosalicylsäure, bromometrische Bestimmung 376.

8-Oxychinolin, Nachweis durch Fluorescenz seiner Salze 377, 378.

8-Oxychinolin-5-sulfamin, Nachweis durch Fluorescenz seiner Salze 378.

Oxyhämoglobin, spektrophotometrische Bestimmung im Blut 392.

3-Oxy-12-ketocholansäure, Farbreaktion 398.

2-(o-Oxyphenyl)-benzimidazol, Verwendung als Chelatbildner in der Analyse 363.

2-(o-Oxyphenyl)-benzothiazol, Verwendung als Chelatbildner in der Analyse 363.

2-(o-Oxyphenyl)-benzoxazol, Verwendung als Chelatbildner in der Analyse 363.

Oxyprolin, R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

Oxytetracyklin, polarographische Bestimmung 464.

Packmaterialien für Lebensmittelvorräte, Bestimmung von Pyrethrinen, Allethrin und Furethrin 237.

Palladium, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; komplexometrische Mikrotitration 218.

Palmitinsäure, chromatographische Bestimmung des Methylesters 446.

Papaverin, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Papierchromatographie, Methodik nach Schwerdtfeger 288; Handhabung und Trennschärfe der Streifenpapierchromatographie bei Serienuntersuchungen 287; Zusammenhang zwischen Gesamtfläche und Ionenkonzentration 288; Zusammenhang zwischen optischer Dichte und Ionenkonzentration 288; Verlängerung des Wanderweges bei der Rundfilterpapierchromatographie38; Nachweis anorganischer Ionen 38; Trennung und Nachweis der Alkalimetalle 220; von Glykolen und mehrwertigen Alkoholen 371; von Glycerin und Glykolen in Tabak 384; von Eugenol und Anisaldehyd in Dessertwein und weinhaltigen Getränken 21; Bestimmung von 1,2-Glykolen 372; Identifizierung niedriger geradkettiger Fettsäuren 445; Bestimmung einiger Carbonsäuren 448; von Monoamino-Monocarbonsäuren 454; von organischen Säuren in Tabakblättern 39; Trennung von Malein- und Malonsäure 448; Nachweis verschiedener Zucker mit p-Aminophenol auf Papierchromatogrammen 316; Bestimmung von Zuckern 449; von reduzierenden Zuckern 451; von Mono- und Oligosacchariden 316; Identifizierung verschiedener Phenole 374; Trennung phenolischer Verbindungen 375; Bestimmung kleiner Phenolmengen in Handelskresylsäuren 375; Trennung substituierter Naphthochinone 376; Nachweis von Lobelin, Lobelanin und Lobelanidin 39; von Nicotin, Nornicotin und Anabasin 464; von Cholin, Vitamin B_1, Vitamin B_2, Nicotinsäure und Nicotinsäureamid 390; Trennung der Digitalisglucoside 389; verschiedener Lokalanästhetica 391; von Sulfonamiden 464; der Vitamine der B-Gruppe, Nicotinsäure und Nicotinsäureamid 380; von Aneurin, dessen Mono-, Di- und Triphosphat 381; Identifizierung von Vitamin C in pflanzlichen Substanzen 382; Bestimmung von Ascorbinsäure 381; Nachweis von Chlorogensäure und Kaffeesäure in Weißdorn 392; von Ketosäuren des Blutes 317; flüchtiger aliphatischer Amine 369; Verhalten von aliphatischen primären, sekundären und tertiären Aminen und Polyaminen 369; Nachweis von Aminosäuren mit aromatischen Aldehyden 451; von Aminosäuren 40; in hydrolysierten Prothrombin 453; Genauigkeit der Bestimmung von Aminosäuren 452; Bestimmung von Aminosäuren 453, 454; in Eiweißhydrolysaten 454; von Glutaminsäure in Weizengluten und Glutenhydrolysaten 455; Trennung organischer Phosphorsäureester 318; von Pyrazolonderivaten 317; der Gallenfarbstoffe 399; von Tauro-, Glyko-, Desoxy-Dehydrocholsäure und Cholsäure 398; von C_{19}-Steroiden 320.

Papierelektrophorese, Gerät zur photometrischen Auswertung der Elektropherogramme 41; Phosphorbestimmung durch Elektronenaktivierung 365; Trennung der Eiweißstoffe in Milch 246; Nachweis von Triterpenoiden 41; von Serumalbuminen 41; von Polyglutamylpeptiden 41.

Pelargonidin, Halbstufenpotential 377.

Pelargonin, Halbstufenpotential 377.

Pendiomid, Farbreaktionen 35.

Penicillin, chemische Wertbestimmung 157; Untersuchung in tierischem Futter 140.

Pentachloräthan, Bestimmung in Luft 231.

Pentosen, Trennung durch Ionenaustausch 317.

Percain, polarographische Bestimmung 391.

Perjodat, oxydimetrisches Reagens in der Maßanalyse 124, 294.

Permanganatlösung, Einstellung 123.

Petroleum, Analysenmethoden 145.

Pferdefett, Nachweis in Rinder- und Schweinefett 384.

Pflanzen, Bestimmung von Bor mit 1,1′-Dianthrimid 339; spektrochemische Bestimmung von Co, Mo und Cu 118.

Pflanzenaschen, Photo-REX-Bestimmung von Phosphat 145.

Pflanzenextrakte, polarographische Bestimmung von Morphin 464.

Pflanzensäfte, polarographische Anthocyanbestimmung 377.

Pflanzliche Öle, Bestimmung der Säurezahl 148; polarographische Bestimmung von Tocopherol 382.

Pflanzliches Material, Bestimmung von Kupfer 144; von Nickel 145; von Kobalt 136; papierchromatographische Identifizierung von Vitamin C 382.

p_H-Messung, einfach durchführbare Messung 443; Verwendung des Bleistiftcolorimeters 443; Eignung der Molybdänelektrode 443; Messung an der Hautoberfläche 158.

p_H-Wert, Apparat zur Registrierung von Änderungen 444; korrekte Darstellung 443, 444.

Pharmazeutische Präparate, Analyse 387; komplexometrische Bestimmung von Metallen 213; von Calcium und Magnesium 207; von Calcium 207, 208.

Phenol, R_f-Wert 374; ultrarotspektroskopische Unterscheidung von den 3 isomeren Kresolen 118; Bestimmung des freien Phenols in Phenolformaldehydharzen 119; papierchromatographische Bestimmung in Handelskresylsäuren 375; Bestimmung von Resorcin neben Phenol 70.

Phenole, Farbreaktion mit Perchlorsäure 396; papierchromatographische Trennung und Identifizierung 374; Bestimmung durch anodische Voltametrie 373; Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 199; 200.

Phenolformaldehydharze, ultrarotspektroskopische Bestimmung des freien Phenols 119.

Phenylalanin, papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

dl-β-Phenylalanin, Identifizierung durch physikalische Konstanten 69.

Phenylarsonsäure, chemisches Verhalten 103, 110.

Phenylhydrazin, Titration mit Perjodat 124.

Phenylsalicylat, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Phloroglucin, R_f-Wert 375.

Phosphat, Fällung aus homogener Lösung 228; Bestimmung in verschiedenen Phosphaten 228; in Gäransätzen 139; Bestimmung mit Photo-REX in Pflanzenaschen 145.

Phosphate, alkalimetrische Bestimmung 55; Phosphatbestimmung 228.

Phosphat-Ionen, Entfernung mit Hilfe von Anionenaustauschern bei der komplexometrischen Ca- und Mg-Bestimmung 204.

Phosphor, Mikronachweis in organischen Verbindungen 64; Bestimmung in organischen Substanzen durch Elektronenaktivierung 365; komplexometrische Bestimmung in pharmazeutischen Produkten 214; Fehlerquellen bei der Bestimmung von anorganischem Phosphor im Serum 158.

Phosphorit, komplexometrische Bestimmung von Calcium 204.

Phosphorsäure, störende Wirkung der Kieselsäure bei der Bestimmung als Molybdänblau in Bodenauszügen 76.

Phosphorylcholin, R_f-Wert 393.

Photometrische Metall- und Wasser-Analysen mit Zeiss-S-Filtern und mit Spektralphotometern (Zimmermann) 230 [L].

Phthalan, chromatographische Trennung von Indan 387.

Phthaleïnkomplexonat, neuer Indicator für Erdalkali-Ionen 297.

Phthalimid, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Phthalsäureanhydrid, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

Physikalisch-chemische Analyse im Betrieb (Krönert) 229 [L].

Physikalische Chemie, Lehrbuch (Ulich) 431 [L].

Physikalische und technologische Prüfverfahren für Lacke und ihre Rohstoffe (Wilborn) 456 [L].

Physostigminsalicylat, R_f-Wert 393.

Pikrat-Ion, 4-Octoxy-phenylguanidiniumchlorid zur quantitativen Bestimmung von Pikrat 172.

Pikrinsäure, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

β-Piperidinäthyl-p-propoxyphenylketon, siehe Falicain.

Pipettenschalter zur Vermeidung von Verdampfungsfehlern in der Chromatographie 439, 440.

Platin, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Bestimmung mit Hilfe von Thiosalzen 292, 294.

Platinelektrode nach Julian und Ruby 374.

Polarisationskurven, Untersuchung in Redoxsystemen 283.

Polarisationstitration, neuere Fortschritte 361.

Polarographie, Entstehung und Grundlagen 433; neuere Fortschritte 361; Übersicht über die neuesten Ergebnisse der Theorie des Polarogramms organischer Verbindungen 433; Gleichung der polarographischen Stufen 284; Aufnahme abgeleiteter Polarogramme mit Differentialgalvanometer 436; Anwendung der oscillographischen Polarographie 283; neues Polarographiergefäß 434; Quecksilbertropfcapillaren aus Pyrex-Glasstäben 435; Ersatz der Quecksilbertropfelektrode durch mit Quecksilber bedeckte Platinelektrode 435; Entfernung des störenden Sauerstoffs 436; Untersuchung der Selektivität des Hydrierprozesses 240; Bestimmung von Kupfer und Zink in Weinasche 379; des Kohlendioxydgehaltes 436; von Wismut in metallischem Kupfer 457; von Uran 308; von Chlor-Ion 309; von zwei- und dreiwertigem Eisen 312; Arbeitsanalytische Studie von Reihenuntersuchungen an Pyrrothin 437; Bestimmung von Thiamin 380; von Tocopherol in pflanzlichem Öl 382; Analyse pharmazeutischer Präparate 387; Trennung herzwirksamer Glucoside 389; Bestimmung der Anthocyane 377; von Morphin 464; einiger Anästhetica 391; von Falicain 156; von Oxytetracyklin (Terramycin) und Chlortetracyklin (Aureomycin) 464.

Polyamide, papierchromatographisches Verhalten 369.

Polyglutamylpeptide, papierelektrophoretischer Nachweis 41.

Polysaccharide, Unterscheidung durch Tüpfelreaktionen 138.

Potentialsprung, Lage des Potentialsprungs und Äquivalenzpunktes bei potentiometrischen Titrationen 284.

Potentiometrie, neuere Fortschritte 361.

Practical Chromatography (Brimley-Barrett) 361 [L].

Praktikum der analytischen Chemie. 2. T. (Souci, Thies und Fischler) 219 [L].

Praseodymnitrat zur colorimetrischen Bestimmung von Acetat-Ion 447.

Procain, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Prolin, photometrische Bestimmung 455; papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

Propionylcholin, R_f-Wert 393.

n-Propylalkohol, Schmelztemperatur des Xanthogenates 115; Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

n-Propylamin, chromatographischer Nachweis 369.

Propylenglykol, R_f-Wert 372; Bestimmung in Äthylenglykol 373.

Propylphenole, R_f-Werte 374.

Prostiginbromid, R_f-Wert 393.

Prothrombin,papierchromatographische Identifizierung der Aminosäuren 453.

Prozenttabellen organischer Verbindungen (Gysel) 314 [L].

Puffersubstanzen, für die p_H-Bereiche zwischen 6 und 12 296.

Pulverförmige Stoffe, spektralanalytische Untersuchung 117.

Purinbasen, Titration in wasserfreien Lösungen 399.

Pyrazolonderivate, papierchromatographische Trennung 317.

Pyrethrine, Bestimmung in Packmaterialien 237.

Pyridin, chromatographische Trennung von Methylpyridinen 377.

Pyrit, Bestimmung von Schwefel 142.

Pyrogallol, R_f-Wert 375.

Pyrophosphat, titrimetrische Bestimmung in Waschmitteln 386; elektrophoretische Abtrennung aus einem Gemisch 42.

Pyrrothin, Bestimmung von Schwefel 142; arbeitsanalytische Studie von polarographischen Reihenuntersuchungen 437.

Qualitative Inorganic Analysis, A New Physico-Chemical Approach (Charlot) 219 [L].

Quartäre Ammoniumverbindungen, Nachweis 30.

Quartamon, Farbreaktionen 35.

Quecksilber, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; gravimetrische Bestimmung 128; jodometrische Bestimmung 128; Bestimmung mit 2-(o-Oxyphenyl)-benzimidazol 364; nach Grote und Krekeler 366; R_f-Wert 38; komplexometrische Bestimmung in pharmazeutischen Produkten 213; Reduktionen mit Quecksilber 295; Reduktionswirkung in Gegenwart von Komplexbildnern 61, 295.

Quecksilber(I), Identifizierung 43; Nachweis mit Hilfe der Fällungschromatographie 440; mercurimetrische Bestimmung 126; reduktometrische Bestimmung 295; Titration mit Perjodat 124.

Quecksilber(I)-perchloratlösung, Herstellung 296.

Quecksilber(I)-salz, reduktometrisches Reagens in alkalischer Lösung 295.

Quecksilber(II)-Ion, Titration mit Kaliumjodidlösung unter Verwendung von Dithizon 298; mit Sulfidlösung unter Verwendung von Dithizon 298.

Quecksilber(II)-jodid, Titration mit Perjodat 123.

Quecksilbertropfcapillaren aus Pyrexglasstäben 435.

Radiometrische Analyse, Bestimmung von Spurenelementen in technischen Produkten 236; von Verunreinigungen in sehr reinen Eisenproben 61; von Phosphor auf Papierelektropherogrammen 365; von ^{14}C-markiertem Material 314.

Raffinose, Tüpfelreaktion 139; Nachweis mit p-Aminophenol auf Papierchromatogrammen 316.

Rauhfutter, Borbestimmung in der Asche 347.

Reagenzien, siehe organische komplexbildende Reagenzien.

Reaktionen, Chemie der spezifischen, selektiven und empfindlichen Reaktionen 289.

Rechnen im Labor (Krume) 432 [L].

Redoxpotential, Apparat zur Registrierung von Änderungen 444.

Redoxsysteme, Untersuchung der Polarisationskurven 283.

Reduktorbüretten 198, 299.

Refraktometer, registrierendes, zur Analysen- und Betriebskontrolle 300.

Resole, ultrarotspektroskopische Bestimmung des freien Phenols 119.

Resorcin, Bestimmung neben Phenol 70; R_f-Wert 375.

Rhodanid, Titration mit Perjodat 124; argentometrische Bestimmung mit neuem Indicator 125; Titration unter Anwendung von Dithizon 298.

Ribose, Bestimmung durch Ionenaustausch 317; colorimetrische Bestimmung von Sedoheptulosan neben Ribose 451.

Rinderfett, Nachweis von Pferdefett 384.

Roheisen, Bestimmung von Titan mit Sulfosalicylsäure 112.

Rohkupfer, Bestimmung von Arsen in Gegenwart von Phosphor 142.

Rohöl, Bestimmung von Vanadiumspuren durch Aktivierung 236.

Rohrzucker, Tüpfelreaktion 139; polarimetrische Bestimmung 450; Bestimmung durch Ionenaustausch 317.

Rüböl, Nachweis im Erdnußöl 148.

Rückstände, Bestimmung von Wolfram in Erzrückständen 143.

Rundfilterpapierchromatographie 38, 76.

Rutin, colorimetrische Bestimmung in Blütenkeimen 390.

Saccharose, Nachweis mit p-Aminophenol auf Papierchromatogrammen 316.

Säulenchromatographie, Apparat zur automatischen Sammlung einzelner Eluatfraktionen 286; zur Bestimmung des Brechungsindexes von Eluierfraktionen 287; Verwendung von Refraktometern als Hilfsmittel 300; selbsttätige Nachfüll- und Waschvorrichtung

286; Trennung von Pyridin und Methylpyridinen 377; siehe auch Chromatographie.

Säuren, Titration schwacher Säuren in wasserfreien Lösungsmitteln 199; Bestimmung in Gegenwart von hydrolysierbaren Ionen 362.

Säurerot 6 B, Adsorptionsindicator in der Argentometrie 124.

Säurezahl, Bestimmung in pflanzlichen Ölen 148.

Salicylcholin, R_f-Wert 393.

Salzlake, komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg 206.

Salzsäure, coulometrische Gehaltsbestimmung 437.

Samarium, Trennung von Uran 226.

Sauerstoff, Verbesserung der Apparatur bei der Bestimmung nach Schütze-Unterzaucher 65; Bestimmung in organischen Substanzen nach Unterzaucher 65; in Gasgemischen 290, 291; nach dem Vakuumschmelzverfahren in Chrom 78; in sehr reinen Eisenproben 61; im Blut 392; Entfernung bei polarographischen und amperometrischen Bestimmungen 436.

Sauerstoffhaltige Verbindungen, chromatographische Abtrennung aus Hydrierprodukten 387.

Schaumzahl, Bestimmung in Waschmitteln 151.

Schieferöl, Identifizierung der Thiophene 147.

Schlacken, komplexometrische Bestimmung von Ca und Mg 206.

Schminken, chromatographische Bestimmung der Farbstoffe 150.

Schwefel, Bestimmung von elementarem Schwefel durch Ultrarotabsorption 306; Mikronachweis von Schwefel in organischen Verbindungen 64; Bestimmung nach Grote und Krekeler 366; in Schwefelkiesen 275; in unlöslichen Sulfiden 142; in sehr reinen Eisenproben 61; in Stahl und Gußeisen 362; in organischen und anorganischen Verbindungen 366; in organischen Substanzen nach der Dead-stop-Methode 66; in Kohle mittels Eschka-Mischung 387.

Schwefeldioxyd, Analyse von SO_2-Gas 77.

Schwefelkies, Bestimmung von Schwefel nach Grote und Krekeler 275.

Schwefelkohlenstoff, Bestimmung in Gasen 292.

Schwefelsäure, alkalimetrische Bestimmung 58.

Schwefeltrioxyd, Analyse von SO_3-Nebeln 77.

Schweflige Säure, Titration mit Perjodat 123.

Schweinefett, Nachweis von Pferdefett 384.

Sebacinsäure, papierchromatographische Bestimmung 448.

Sedoheptulosan, colorimetrische Bestimmung neben Ribose und Fructose 451.

Selen, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Bestimmung nach Grote und Krekeler 366; Bestimmung in der Luft 72; in metallischem Kupfer 457; in Mg-Legierungen 459.

Selen(IV), gravimetrische Bestimmung mit Hilfe von Ammoniumsulfid 293.

Selendioxyd, Bestimmung in der Luft 72.

Seltene Erden, Komplexverbindungen mit Trilon A und B 214.

Semen Colchici, Bestimmung des Colchicins 463.

Serin, papierchromatographische Bestimmung 453.

Serum, komplexometrische Bestimmung von Calcium 209; von Calcium und Magnesium 208, 210; Bestimmung von Kreatinin 319; von Bilirubin 399; Fehlerquellen bei der Phosphorbestimmung 158; bei der Cholesterinbestimmung 158.

Serumalbumine, papierelektrophoretische Untersuchung 41.

Serumglobuline, nephelometrische Bestimmung mit Ammoniumsulfatlösung 395.

Silber, Bedingungen für 100%ige Stromausbeute bei elektrochemischer Oxydation 285; Identifizierung 43; Nachweis mit Hilfe der Fällungschromatographie 440; colorimetrische Bestimmung mit p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin 223; gravimetrische Bestimmung 128; katalytische Wirkung bei der Oxydation des Mangans zu Permanganat 60; Bestimmung durch Katalyse der Persulfatoxydation von Mangan 130;

potentiometrische Titration mit der Glaselektrode 367; R_f-Wert 38, 289; Titration mit Jodidlösung mit neuem Indicator 125; mit Cyanidlösung unter Verwendung von Dithizon 298; mit Sulfidlösung unter Verwendung von Dithizon 298; komplexometrische Bestimmung 201, 203; jodometrische Bestimmung 128. Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186.

Silber-Ion, Titration mit Jodid unter Anwendung von Dithizon 298.

Silberjodid, Titration mit Perjodat 123.

Silberjodid - p - Äthoxychrysoidinadsorbat, Indicator zur alkalimetrischen Bestimmung von Schwefelsäure und Essigsäure 58.

Silicate, Bestimmung von Kieselsäure 51; komplexometrische Galliumbestimmung 50.

Silicatgesteine, Nachweis von Mangan 310.

Silicathaltiges Material, komplexometrische Ca- und Mg-Bestimmung 207.

Silicatprodukte, Bestimmung von ungebundenem Kalk 80.

Silicium, spektrophotometrische Bestimmung in Al-Legierungen 233; Mikrobestimmungsmethoden in Stahl 79.

Siliciumbronzen, Bestimmung von Zinn durch Destillation 54.

Silicones and their Uses (McGregor) 72 [L].

Sorbose, Tüpfelreaktion 139.

Sovcain, polarographische Bestimmung 391.

Spektralanalyse, Untersuchung von pulverförmigen Stoffen 117; leitprobenfreie Untersuchungen zur Geochemie des Zinks 117; Bestimmung von Co, Mo und Cu in Pflanzen 118.

Sphalerit, komplexometrische Indiumbestimmung 50.

Spot Tests (Feigl) 279 [L].

Stärke, Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes 140.

Stahl, Bestimmung von Silicium 79; von Titan mit Sulfosalicylsäure 112; von Schwefel nach der galvanometrischen Analyse 362; von Mn und Cr aus einer Einwaage 79.

Stearinsäure, chromatographische Bestimmung des Methylesters 446.

Steinklee, Bestimmung des Cumaringehaltes 152.

Steroide, Farbreaktion mit Perchlorsäure 396.

C_{19}-Steroide, papierchromatographische Trennung 320.

C_{21}-Steroide, Bestimmung 396.

Stickoxydul, chromatographische Bestimmung 442.

Stickstoff, Mikronachweis in organischen Verbindungen 64; Bestimmung in sehr reinen Eisenproben 61; in Erdöl und Erdölprodukten 146.

Strontium, gravimetrische und titrimetrische Bestimmung als Oxalat 48; komplexometrische Bestimmung mit neuem Indicator 297; Bestimmung durch Aktivierung in technischen Produkten 236.

Strophantidin, polarographische Bestimmung 389.

g-Strophantin, polarographische Bestimmung 389.

K-Strophantin-β, polarographische Bestimmung 389.

K-Strophantosid, polarographische Bestimmung 389.

(The) Structures & Reactions of Aromatic Compounds (Badger) 313 [L].

Strychnin, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Succinyl-bis-cholin, Bestimmung 156.

Succinyldicholinjodid, R_f-Wert 393.

Sulfadiazin, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Sulfaguanidin, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Sulfanilamid, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Sulfapyridin, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Sulfat, Löslichkeit der Sulfate in Zusammenhang mit der Struktur benzidinähnlicher Amine 57; Fällung mit Hilfe von substituierten Benzidinen und verwandten Verbindungen 132; volumetrische Bestimmung mit 4,4′-Diaminotolan 58; komplexometrische Titration 216; mit neuem Indicator 297; in Wasser 216; in Kochsalzlösungen 205; in der Fällungslösung für Viscose 385.

Sulfathiazol, Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Sulfhydrylgruppen, Nachweis 401.

Sulfide, Bestimmung von Schwefel 142.

Sulfid-Ionen, Titration mit Silber oder Quecksilber unter Verwendung von Dithizon 299.

Sulfit, Titration mit Perjodat 124.

Sulfonamide, papierchromatographische Trennung 464; Titration in nichtwäßriger Lösung 388.

Superphosphate, Phosphatbestimmung 228.

Synthetische Waschmittel, Bestimmung der Art der oberflächenaktiven Stoffe 80; siehe auch Waschmittel.

Syringaaldehyd, R_f-Wert 375.

Tabak, spektrophotometrische Bestimmung von Nicotin 153; papierchromatographischer Nachweis von Glycerin und Glykolen 384.

Tabakblätter, papierchromatographische Bestimmung organischer Säuren 39.

Taurin, Nachweis mit Aldehyden auf Papierchromatogrammen 452.

Taurocholsäure, chromatographische Bestimmung 397, 398.

Tellur, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Bestimmung in metallischem Kupfer 457; spektrophotometrische Bestimmung in Mg-Legierungen 459.

Tellur(IV), gravimetrische Bestimmung mit Hilfe von Ammoniumsulfid 293.

Terephthalaldehyd zum Nachweis von Aminosäuren auf Papierchromatogrammen 452.

Terpentin, Bestimmung neben Benzin und Colophonium in Luft 74.

Terramycin, siehe Oxytetracyklin.

Tetraäthylblei, Bestimmung in Kraftstoffen 146.

Tetrachlorkohlenstoff, Bestimmung in Luft 231.

Tetracyanonickelat, Reagens zur Bestimmung von Nitriprussiat 195.

Tetrametaphosphat-Anion, Fällbarkeit mit Benzidinhydrochlorid 93.

Tetraphenyl-diboroxyd, Anwendung 30.

Tetrathionat, Nachweis mit Antimonchlorid 58; Bestimmung mit Permanganat 58, 59; mit Perjodat 124.

Thallium, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Ätherextraktion der Bromide und Jodide 131; amperometrische Bestimmung 226; R_f-Wert 289; komplexometrische Bestimmung 201, 215.

Theoretische Grundlagen der organischen Chemie (Hückel) 313 [L].

Thermo-Mikro-Methoden zur Kennzeichnung organischer Stoffe und Stoffgemische (Kofler-Kofler) 365 [L].

Thermoplastische und härtbare synthetische Kunststoffe (Lanker) 383 [L].

Thiamin, indirekte polarographische Bestimmung 380; chromatographische und elektrophoretische Trennung von seinen Phosphorsäureestern 381.

Thiaminchloridhydrochlorid, siehe Vitamin B_1.

Thioacetale, bromometrische Bestimmung 376.

Thioglykolsäure, Nachweis 406; siehe auch Mercaptoessigsäure.

Thioharnstoff, coulometrische Bestimmung 438; neben Ammoniumthiocyanat 438.

o-Thiolacetylamino-p-nitrophenol, analytisches Reagens 127.

Thiolester, bromometrische Bestimmung 376.

5-Thiomethylribose, Bestimmung 400.

Thiophen, Identifizierung im Schieferöl 147; Bestimmung in Gasen 292.

Thiophos, photometrische Bestimmung 238.

Thiosalze, Anwendung in der Analyse 292.

Thiosulfat, Titration mit Perjodat 124.

Thorium, Bestimmung als Thoriumjodat aus homogener Lösung 303; komplexometrische Titration 215, 216.

Threonin, papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

Thyrosin, R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

Tierisches Futter, Untersuchung von Penicillin 140.

Tierisches Gewebe, Bestimmung von Strontiumspuren durch Aktivierung 236.

Titan, photometrische Bestimmung mit Chromotropsäure 52; spektrophotometrische Titration mit Komplexon 202; Vermeidung der Störung durch andere Metalle bei der colorimetrischen Bestimmung mit Wasserstoffperoxyd 302; spektrophotometrische Bestimmung in Al-Legierungen 233; colorimetrische Bestimmung mit Sulfosalicylsäure in Roheisen und Stahl 112.

Titanschwamm, photometrische Bestimmung kleiner Mengen Chlorid 234.

Titan(IV)-salze, Reaktion mit Chromotropsäure 52.

Titration in wasserfreien Lösungsmitteln, Bestimmung sehr schwacher Säuren 199; von Phenolen und Säuren 199; von aromatischen Nitroverbindungen 200; des Insecticides Allethrin 237; von Arzneimitteln 388; von Purinbasen 399; von Barbitursäurederivaten 200.

Tocopherol, Bestimmung in Weizenkeimöl 155; polarographische Bestimmung in pflanzlichem Öl 382.

Tonmineralien, Analyse mit Hilfe des Röntgenspektrometers 78; Bestimmung von Kieselsäure und Aluminiumoxyd 78.

Traubentrester, Schnellbestimmung von Alkohol 378.

Treibstoffe für Verbrennungsmotoren (Spausta) 382 [L].

Trennrohr zur Trennung von Krypton und Xenon mit einem Hilfsgas 44.

Trennungsfaktor, Maßzahl zur Beurteilung der Wirksamkeit einer Trennungsmethode 281.

Triäthanolamin, Bestimmung mit Natriumtetraphenyloborat 254.

Triäthylenglykol, R_f-Wert 372.

Trichloräthylen, Bestimmung in Luft 231.

5,6,7-Trichlor-8-oxychinolin, Nachweis durch Fluorescenz seiner Salze 378.

Trifluorchloräthylen, chromatographische Bestimmung 442.

Triglyceride, Trennung von Fettsäuren mittels Harnstoffeinschlußverbindungen 384.

Trilon A und B, siehe Komplexone.

Trimetaphosphat-Anion, Fällbarkeit mit Benzidinhydrochlorid 93.

2,4,6-Trimethyl-5-äthylphenol, R_f-Wert 375.

Trimethylphenole, R_f-Werte 375.

2,4,6-Trinitro-m-kresol, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

2,4,6-Trinitrophenetol, Titration in wasserfreien Lösungsmitteln 200.

2,3,7-Trioxy-9-phenyl-6-fluoron, Reagens auf Molybdän 133; auf Germanium 52.

Triphenyl-dodecylphosphoniumchlorid, Farbreaktionen 35.

Triterpenoide, papierelektrophoretischer Nachweis 41.

Trübungscolorimetrie 120.

Trypaflavin, Farbreaktionen 35; spektrophotometrische Bestimmung im Harn 319.

Tryptamin, Nachweis mit Aldehyden auf Papierchromatogrammen 452.

Tryptophan, Nachweis mit Aldehyden auf Papierchromatogrammen 452; papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert des Thiohydantoins 40; colorimetrische Bestimmung in Kartoffelpreßsäften 241.

TTC, Farbreaktionen 35.

D-Tubocurarin, R_f-Wert 393.

Tüpfelanalyse, neuere Fortschritte 365.

Tungöl, siehe Holzöl.

Tyrosin, papierchromatographische Bestimmung 453; colorimetrische Bestimmung in Kartoffelpreßsäften 241.

l-Tyrosin, Identifizierung durch physikalische Konstanten 69.

Ultrarotspektroskopie, Einführung (Brügel) 280 [L]; automatische Lochkartenmethode zur Identifikation organischer Verbindungen und Gemische 282; Nachweis und Bestimmung von Wasser 301; Bestimmung von Kohlenwasserstoffen in Luft 231; von Chlorkohlenwasserstoffen in Luft 231; von Kohlenoxyd in Luft 141; von Benzol und alkylaromatischen Kohlenwasserstoffen in naphthenischen Erdölen 119; des freien Phenols in Phenolformaldehydharzen 119; von Phenol und den 3 Kresolen 118.

Umkehrtitrationen, Vorteile 122.

Umschlagsschärfe, Theorie der maßanalytischen Umschlagsschärfe 281.

Uran, Ausschütteln in organische Lösungsmittel 59; colorimetrische Bestimmung 59; photometrische Bestimmung 60; spektrophotometrische Bestimmung mit Hilfe des Thiocyanatkomplexes 307; Bestimmung mit Alkalihexacyanoferrat(III) 334; volumetrische Mikrobestimmung mit Hilfe des Jones-Reduktors 306; polarographisches Verhalten in Gegenwart von Tiron 308; polarographische Bestimmung neben Eisen 308; spektrophotometrische Titration neben Eisen 308; Abtrennung von Samarium und Lanthan von Uran 226; photometrische Bestimmung in kieselsäurehaltigem Material 307.

Urin, Bestimmung von Beryllium 159; von Glucose 159; siehe auch Harn.

Ursolsäure, papierelektrophoretischer Nachweis 41.

UV-Bestrahlung, Einfluß auf die Eiweißstoffe der Milch 244; auf ihre Inhaltsbestandteile 354.

Valin, papierchromatographische Bestimmung 453; R_f-Wert des Thiohydantoins 40.

dl-Valin, Identifizierung durch physikalische Konstanten 69.

Vanadium, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; halbquantitative Bestimmung als Bleivanadat 44; Bestimmung mit Hilfe von Thiosalzen 292; Bestimmung durch Aktivierungsanalyse in Rohöl 236.

Vanadium(II), oxydimetrische Titration 228.

Vanillin, R_f-Wert 375.

Verseifungsäquivalent, Bestimmung in niedrigsiedenden Estern 147.

Verseifungszahl, potentiometrische und visuelle Bestimmung 384.

Verteilungschromatographie, Bestimmung flüchtiger primärer Amine 369; siehe auch Chromalographie Papier, — Rundfilter, — sowie Säulenchromatographie.

Vinylchlorid, chromatographische Bestimmung 442.

Vinylitkunststoffe, Spurenbestimmung von Ga, Al und Cd durch Aktivierung 236.

Viscose, komplexometrische Schnellanalyse der Fällungslösung 385.

Vitamin A, Bestimmung nach Moor 354; chromatographische Trennung und colorimetrische Bestimmung des freien und veresterten Vitamins A 380.

Vitamin A_2, spektroskopische Eigenschaften 154.

Vitamine der B-Gruppe, papierchromatographische Trennung von Nicotinsäure und Nicotinsäureamid 380.

Vitamin B_1, Farbreaktionen 35; papierchromatographischer Nachweis 390; einfache Gehaltsbestimmung 154; oscillographisch-polarographische Studien 380; siehe auch Aneurin.

Vitamin B_2, papierchromatographischer Nachweis 390.

Vitamin B_{12}, Phosphorbestimmung durch Elektronenaktivierung 366.

Vitamin C, Bestimmung 358; papierchromatographische Identifizierung in pflanzlichen Substanzen 382; siehe auch Ascorbinsäure.

Vitamin D_2, Farbreaktion mit Perchlorsäure 296.

Vitamin D_3, Bestimmung 356.

Vollmilch, Nachweis von Zuckern durch Tüpfelreaktion 139.

Wägepipette nach Pregl, Eignung und Verwendung 129.

Wände, Nachweis von Thiophos an Wänden 239.

Waschmittel, titrimetrische Bestimmung von Pyrophosphat 386; Bestimmung der Schaumzahlen 151.

Wasser, Nachweis und Bestimmung durch Ultrarotspektroskopie 301; massenspektrometrische Bestimmung der Deuteriumoxydkonzentration 220; komplexometrische Bestimmung der Härte 202, 203, 205; von Calcium 205; colorimetrische Bestimmung von Magnesium mit Eriochromschwarz T 224; indirekte komplexometrische Bestimmung von Sulfat 216; Störung des Fluornachweises in Leitungswasser 134; Bestimmung von organischer Substanz 232; von DDT in Flußwasser 233; Trennung von Ameisensäure und Formaldehyd in sulfithaltigen Abwässern 75; Untersuchung binärer Gemische mit Morpholin 378; siehe auch Feuchtigkeit.

Wasserbestimmung mit Karl-Fischer-Lösung (Eberius) 280 [L].

Wasserstoff, Mikrobestimmung von aktivem Wasserstoff in organischen Verbindungen 64.

Wasserstoffperoxyd, Übersicht über Nachweis und Bestimmungsmethoden 220; Nachweis 406; Titration mit Perjodat 123.

Wein, chemische Bestimmung von Monobromessigsäure 17.

Weinasche, polarographische Bestimmung von Zink 379.

Weinhaltige Getränke, papierchromatographischer Nachweis von Eugenol und Anisaldehyd 21.

Weinsäure, chromatographische Bestimmung 447; Bestimmung in Früchten mittels Ionenaustauschchromatographie 379; papierchromatographische Bestimmung 372, 448.

Weißdorn, Nachweis von Cholin und Acetylcholin 153; von Chlorogensäure und Kaffeesäure 392.

Weizengluten, papierchromatographische Bestimmung von Glutaminsäure 455.

Weizenkeimöl, Bestimmung von Tocopherol 155.

Wismut, Nachweis mit Hilfe der Fällungschromatographie 440; heutiger Stand colorimetrischer und nephelometrischer Bestimmungsmethoden 57; Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; photometrische Bestimmung mit Thioharnstoff 13, 168; R_f-Wert 38; komplexometrische Bestimmung 201; polarographische Bestimmung in metallischem Kupfer 457; spektrophotometrische Bestimmung in Al-Legierungen 233; elektrolytische Bestimmung in Al-Legierungen 462; komplexometrische Bestimmung in pharmazeutischen Produkten 214.

Wismut(III)-Ionen, Titration mit Natriumsulfidlösung unter Verwendung von Dithizon 298.

Wolfram, Identifizierung 43; gravimetrische Bestimmung in Erzen, Konzentraten und Rückständen 143.

Xenon, chromatographische Bestimmung 442; Trennung von Krypton im Trennrohr 44.

Xylose, Tüpfelreaktion 139; Bestimmung durch Ionenaustausch 317.

Zement, Abtrennung des Mangans bei der Analyse 144; Bestimmung von ungebundenem Kalk 80.

Zephirol, Farbreaktionen 35.

Zink, Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Bestimmung mit 5,6-Benzochinaldinsäure 49; gravimetrische und volumetrische Bestimmung als Zinkquecksilberrhodanid 49; Bestimmung mit Hilfe der galvanometrischen Analyse 362; coulometrische Bestimmung an mit Quecksilber bedeckter Platinelektrode 437; polarographische Bestimmung an mit Quecksilber bedeckterPlatinelektrode 435; amperometrische Titration mit Kaliumhexacyanoferrat(II) 225; mit Dinatriumäthylendiamintetraacetat 210; spektrophotometrische Titration mit Komplexon 202; Vermeidung von Störungen durch Mangan und andere Metalle bei der komplexometrischen Titration 301, 302; komplexometrische Bestimmung 201; neben Mg 211; in Zinkkonzentraten oder Nickelsulfat 213; in metallurgischen Produkten 212; in Fällungslösung der Viscose 385; von pharmazeutischen Produkten 213; Bestimmung neben sehr großen Magnesiummengen 211; nach dem Dead-stop-Verfahren mit Cyanoferrat(II) in Magnesiumlegierungen 458; spektralanalytische Untersuchung von Zinkmineralien 117; spektrophotometrische Bestimmung in Al-Legierungen 233; papierchromatographische Bestimmung in Bodenauszügen 76; polarographische Bestimmung in Weinasche 379; Abtrennung des Kupfers bei der Bestimmung in Legierungen 461; Störung bei der anodischen Abscheidung von Blei 259; photometrische Bestimmung von Aluminium in Zink 460; Bestimmung von Bleispuren in Zink 55; colorimetrische Bestimmung von Antimon in Zink 460; komplexometrische Bestimmung von Nickel in Zink 218.

Zinkkonzentrate, komplexometrische Zinkbestimmung 213.

Zink-Kupferlegierungen, Abtrennung des Kupfers bei der Zn-Bestimmung 461.

Zinklegierungen, Bestimmung von Aluminium 460.

Zinksulfatlösung, Bestimmung kleiner Mengen Blei 54.

Zinn, Nachweis mit Hilfe der Fällungschromatographie 440; Lichtabsorption des Diäthyldithiocarbaminates in Tetrachlorkohlenstoff 186; Bestimmung als Sulfid 293; photometrische Bestimmung mit Thioharnstoff 161; Bestimmung durch Destillation des Jodids 54; R_f-Wert 38; jodometrische Bestimmung in Mineralien 142; Bestimmung in Al-Legierungen 233, 462; Bestimmung von Antimon in Zinn 460.

Zinn(II), Titration mit Perjodat 124.

Zinn(II)-chlorid, Titration mit Perjodat 123.

Zinnober, Bestimmung von Schwefel 142.

Zirkonium, spektrophotometrische Titration mit Komplexon 202; mikroskopische Unterscheidung von Hafnium 302; spektrophotometrische Bestimmung in Al-Legierungen 233.

Zucker, Unterscheidung durch Tüpfelreaktionen 138; Halbmikrobestimmung reduzierender Zucker 451; Bestimmung mit Fehlingscher Lösung 137; mit 3,4-Dinitrobenzoesäure 450; chromatographische Trennung an Hydrocellulose 449; papierchromatographische Bestimmung 449; Bestimmung reduzierender Zucker 451; phosphorylierter Zucker 318; R_f-Werte 39; Trennung durch Ionenaustausch 316; Bestimmung in Gäransätzen 139; siehe auch Rohrzucker.

Zuckerrüben, Borbestimmung in der Asche 347.